RISSAUSBREITUNG IN TEILKRISTALLINEN POLYMEREN

UNTERSUCHUNG DES KRITISCHEN UND UNTERKRITISCHEN RISSWACHSTUMS UNTER STATISCHER UND SCHWINGENDER BELASTUNG

Doktorarbeit
zur
Erlangung des Grades
Doktor-Ingenieur
der
Abteilung für Maschinenbau
der Ruhr-Universität Bochum

von
Axel Sandt
aus Essen

Bochum 1981

1982

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547222_0025

RISSAUSBREITUNG IN TEILKRISTALLINEN POLYMEREN

UNTERSUCHUNG DES KRITISCHEN UND UNTERKRITISCHEN RISSWACHSTUMS UNTER STATISCHER UND SCHWINGENDER BELASTUNG

Doktorarbeit
zur
Erlangung des Grades
Doktor-Ingenieur
der
Abteilung für Maschinenbau
der Ruhr-Universität Bochum

von

AXEL SANDT

aus Essen

Bochum 1981

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Doktorarbeit eingereicht am: 11.12.1981

Tag der mündlichen Prüfung : 28.01.1982

Referent : Prof. Dr. E. Hornbogen

Korreferent : Prof. Dr. H. Berns

GLIEDERUNG

1. Einleitung 1

1.1 Technische und wirtschaftliche Bedeutung polymerer Werkstoffe 1
1.2 Rißentstehung in thermoplastischen Polymeren 3
1.3 Grundlagen der Bruchmechanik und deren Anwendung auf Polymere 6
1.4 Ermüdungsrißausbreitung in thermoplastischen Polymeren 10
1.5 Ziel der Arbeit 12

2. Experimentelle Methoden 14

2.1 Versuchsmaterial 14
2.2 Zugversuche 15
2.2.1 Zugversuche bei niedriger Geschwindigkeit 15
2.2.2 Schnellzugversuche 15
2.3 Bruchmechanische Messungen 16
2.4 Ermüdungsrißausbreitung 17
2.5 Mikroskopische Messungen 18

3. Ergebnisse 20

3.1 Zugversuche 20
3.1.1 Bestimmung des reversiblen Verformungsanteils 20
3.1.2 Schnellzugversuche 21
3.1.2.1 Feinsphärolithische Morphologie 21
3.1.2.2 Grobsphärolithische Morphologie 22
3.2 Bruchmechanische Messungen 23
3.2.1 Feinsphärolithische Morphologie 23
3.2.2 Grobsphärolithische Morphologie 25

3.3 Ermüdungsrißausbreitung 26
3.3.1 Vergleich der verschiedenen Polymere 26
3.3.2 Einfluß von Probendicke und Morphologie 29
3.4 Röntgenbeugungsmessungen 31

4. Diskussion der Ergebnisse 32

4.1 Einfluß der Geschwindigkeit auf das Bruchverhalten 32
4.1.1 Feinsphärolithische Morphologie 32
4.1.2 Grobsphärolithische Morphologie 34
4.1.3 Vergleich der Gefügetypen 38
4.2 Ermüdungsrißausbreitung teilkristalliner Polymere 39
4.2.1 Einfluß der molekularen Struktur 39
4.2.2 Einfluß von Probendicke und Morphologie 45

5. Zusammenfassung 48

6. Literatur 50

7. Tabellen und Bilder 54

Verwendete Symbole

PA6	Polyamid-6
PB	Polybuten
PE	Polyäthylen
HMWPE	Polyäthylen mit hohem Molekulargewicht
LMWPE	Polyäthylen mit niedrigem Molekulargewicht
PP	Polypropylen
PTFE	Polytetrafluoräthylen

a	Rißlänge
a_o	Anfangsrißlänge
Δa	Änderung der Rißlänge
A, A', C, m	empirische Werkstoffkonstanten
d	Netzebenenabstand
d	Probendicke
$\bar{d}_G$	mittlere Dicke von Sphärolithgrenzen
$\bar{D}_S$	mittlerer Durchmesser von Sphärolithen
da/dN	Rißausbreitungsgeschwindigkeit
f_1	Volumenanteil einer Gefügekomponente i
E	Elastizitätsmodul
ΔF	Schwingbreite der Prüfkraft
F_c	Maximalkraft im Kraft-Rißaufweitung-Diagramm
F_G	Flächenanteil an intersphärolithischem Bruch
F_S	Flächenanteil an transsphärolithischem Bruch
G	Energiefreisetzungsrate
G	Index für Sphärolithgrenzeneigenschaft
K	Spannungsintensität
K_c	Bruchzähigkeit
K_{Ic}	Bruchzähigkeit bei ebener Dehnung
ΔK	Schwingbreite der Spannungsintensität
ΔK_o	unterer Grenzwert für Ermüdungsrißausbreitung
ΔK_1	Grenzwert für Änderung des Rißausbreitungsverhaltens

ΔK_c	oberer Grenzwert für Ermüdungsrißausbreitung
$\bar{M}_w$	Molekulargewichtsmittel
N	Lastwechselzahl
P	makroskopische Eigenschaft
$\bar{p}_i$	Eigenschaft einer Gefügekomponente i
R	Abstand der Röntgenbeugungspunkte vom Primärstrahl
R	Verhältnis von Unterlast zu Oberlast
S	Index für Sphärolitheigenschaft
T_m	Schmelztemperatur
v	Klemmenabzugsgeschwindigkeit
W	Probenbreite (CT-Probe)
Y	Geometriefaktor

γ	spezifische Bruchflächenenergie
δ	Rißöffnung
δ_{rev}	reversibler Anteil der Rißöffnung
ε	Dehnung
ε_w	wahre Dehnung
ε_{rev}	reversibler Dehnungsanteil
ε_B	Bruchdehnung
$\dot{\varepsilon}$	Verformungsgeschwindigkeit
ϑ	Röntgenbeugungswinkel
λ	Wellenlänge
ϕ_{max}	maximaler Rißumlenkwinkel
σ	Spannung
σ_w	wahre Spannung
σ_s	Streckgrenze
σ_B	nominelle Bruchspannung
σ_{Bw}	wahre Bruchspannung
σ_G	Festigkeit von Sphärolithgrenzen
σ_S	Festigkeit des Sphärolithinneren
$\Delta\sigma_a$	Schwingbreite der äußeren Spannung

1. Einleitung

1.1 Technische und wirtschaftliche Bedeutung thermoplastischer Polymere

Durch die Anwendung von Polymeren in den verschiedensten Bereichen, sowohl als Verpackungs- und Isoliermaterial als auch als mehr oder weniger hochwertiger Konstruktionswerkstoff, haben diese in den letzten Jahrzehnten zunehmende Bedeutung erlangt.

Bedingt durch die Abhängigkeit vom gleichen Rohstoff, den fossilen Kohlenwasserstoffen, muß die Situation der Polymere in enger Verbindung mit dem Energiemarkt gesehen werden. Da der Anteil der Polymererzeugung am Verbrauch der Kohlenwasserstoffe jedoch mit nur 3 bis 4% angesetzt werden kann, wird, auch wenn die Kohlenwasserstoff-Produktion stagniert oder gar fällt, eine weitere deutliche Zunahme des Welt-Polymerverbrauches prognostiziert (Bild 1)[1,2].

Die Gründe dafür liegen in den besonderen Eigenschaften, z.B. geringes spezifisches Gewicht oder gute Korrosionsbeständigkeit, sowie in der Verbesserungsfähigkeit polymerer Werkstoffe, beispielsweise durch Glasfaserverstärkung. Weiterhin nutzt die Polymerchemie die Rohstoffe im Gegensatz zu anderen Verbrauchern wiedergewinnbar, und es ist anzunehmen, daß die Energiewirtschaft zunehmend auf andere Energiequellen wie Kernkraft ausweichen muß.

Gleichwohl ist zu erwarten, daß die Verwendung von Polymeren für kurzlebige Güter nur dann weiterhin deutlich zunehmen wird, wenn Möglichkeiten für organisierte Wiedergewinnung ("Recycling") geschaffen werden. Vielmehr wird jedoch ihre

Bedeutung als Konstruktionswerkstoff ("engineering plastics") wachsen[3,4,5], da durch das vorhandene Verbesserungspotential metallische Werkstoffe verdrängt werden können.

Ein herausragendes Beispiel dafür liefert die Automobilindustrie. Dort wird gleichzeitig die Wechselwirkung zwischen Werkstoff und Energie deutlich. Die Forderung nach Energieersparnis führt zur Verwendung von leichteren und teueren Werkstoffen. Dabei rechtfertigt die Energieeinsparung die höheren Materialkosten. Somit finden die höherwertigen Polymere hier ein großes Aufgabengebiet[6,7,8].

Bereits im Laufe der letzten fünfzehn Jahre haben die polymeren Werkstoffe deutliche Zuwachsraten erreicht. Das Wachstum des Polymeranteils pro Personenwagen ist weitaus höher als das des "klassischen" Leichtbauwerkstoffes Aluminium (Bild 2)[9]. Dabei sprechen gegen das Aluminium vor allem die höhere Dichte, die Korrosionsanfälligkeit sowie der weit höhere Energieaufwand zur Herstellung. Dennoch machen Polymere derzeit nur etwa 6,5% des Gesamtgewichtes, aber bereits über 20% des Materialvolumens eines PKW aus[8,10].

Im Rahmen dieser Entwicklung ist weiterhin eine deutliche Zunahme der bislang relativ gering vertretenen konstruktiven Einsatzgebiete Antrieb, Chassis und Karosserie (Bild 3) zu erwarten. Die bereits heute teilweise im Serienbau verwendeten Bauteile wie Prallflächen oder komplette Karosserien sowie Lager, Zahnräder oder andere dynamisch beanspruchte Teile könnten durch die Entwicklung und Anwendung höherfester Polymere weitere metallische Bauteile verdrängen.

Bei den allgemein im konstruktiven Bereich verwendeten polymeren Werkstoffen ist den Thermoplasten eine besondere Bedeutung zuzumessen. Nicht zuletzt bedingt durch ihre guten Fertigungseigenschaften, zu denen besonders die Spritzgieß-

barkeit gehört, haben sie beispielsweise an den im Automobilbau eingesetzten Polymeren einen Anteil von etwa 64%[7].

Gleichzeitig muß jedoch als Nachteil ihre relativ geringe Festigkeit genannt werden, die meist eine frühe Rißbildung bedingt. Gelegentlich wird auch günstigeres Verhalten beobachtet, wie zum Beispiel die hohe Dauerfestigkeit von Polypropylen. Dies führt zwar zur praktischen Anwendung -- in diesem Fall zur Entwicklung von im Spritzguß direkt herstellbaren Filmscharnieren (Bild 4)[11] --, es fehlt jedoch das Verständnis der grundlegenden Mechanismen.

Da aber durch dieses Verständnis weitreichende Möglichkeiten zur Werkstoffoptimierung geschaffen werden können, besteht ein grundsätzliches Interesse am Bruchverhalten der thermoplastischen Polymere.

1.2 Rißentstehung in thermoplastischen Polymeren

Vor der Betrachtung bruchmechanischer und verwandter Eigenschaften ist zunächst von Interesse, welchen Ursprung Risse haben, da die Bruchmechanik das Vorhandensein von Rissen voraussetzt. Speziell für thermoplastische Polymere existieren relativ wenig Untersuchungen, die Aussagen über Rißentstehung machen.

Im Gegensatz zu metallischen Werkstoffen ist bei den Polymeren schon die Definition eines Mikrorisses problematisch. Es muß jedoch davon ausgegangen werden, daß als Mikroriß nur eine echte Werkstofftrennung angesehen werden kann. Solche Trennungen sind bei Polymeren grundsätzlich durch drei

Mechanismen möglich[13]:

- Bruch von Molekülketten
- Herausziehen von Molekülketten
- Aufreißen von Phasengrenzflächen

Zusätzlich können drei Arten von lokalisierter plastischer Verformung als Vorstadium der Rißbildung angesehen werden[14]:

- Crazes (Zug)
- Scherbänder (Schub)
- Verformung von Sphärolithgrenzen (Zug od. Schub)

Besonders beim Phänomen der Crazes wird die Schwierigkeit deutlich, nur die eigentliche Rißbildung zu erfassen. Die sogenannte "craze-prior-to-fracture-rule" von White und Teh[15] zeigt die enge Verbindung zwischen der Entstehung von Rissen und Crazes. Hier wird keine Trennung zwischen plastischer Verformung und Rißbildung gemacht, sondern die Crazes werden als direkte Vorstufe des Bruches angesehen.

Dennoch dürfen Crazes nicht als Risse verstanden werden[16]. Bei den unter Zugspannung auftretenden Crazes handelt es sich um dünne, plattenförmige Materialbereiche, die sich unter Krafteinwirkung senkrecht zur angelegten Spannung öffnen. Im Gegensatz zu Rissen enthält das Innere eines Craze eine Vielzahl von Fibrillen, die die gegenüberliegenden Crazeufer miteinander verbinden[17,18]. Zusätzlich ist bei den Crazes die Möglichkeit zur Ausheilung durch thermische Aktivierung gegeben[19].

Das Auftreten von Crazes ist sowohl in amorphen[20,21] als auch in teilkristallinen Thermoplasten möglich[22,23,24]. Zur eigentlichen Rißbildung kommt es erst durch Aufreißen der fibrillaren Verbindungen.

Eine weitere Art der lokalisierten Verformung stellen die Scherbänder dar. Sie weisen eine ähnliche fibrillare Struk-

tur wie Crazes auf, werden jedoch unter Druckbelastung durch Schubspannungen hervorgerufen[25]. Nachdem diese Erscheinung zunächst nur für nichtkristalline Polymere beobachtet wurde[26,27], zeigen neuere Arbeiten deren Auftreten auch in teilkristallinen Polymeren[28,29]. Dabei ist eine direkte Materialtrennung in den Schnittpunkten sich kreuzender Scherbänder möglich.

Als weitere Möglichkeit der Rißinitiierung sind Grenzflächen zu nennen. Man muß hier zwei Arten unterscheiden.
Zunächst die Verformung von Sphärolithgrenzen, welche im Grunde ein Vorstadium der Rißbildung darstellt. Beim Vorhandensein von schwachen, niedermolekularen Sphärolithgrenzen setzt die plastische Verformung bevorzugt in diesen Grenzflächen ein. Dies führt bis zum Bruch der Grenzflächensubstanz an Tripelpunkten, was dann als Mikroriß angesehen werden kann[30,31].
Die zweite Möglichkeit ist das direkte Aufreißen von Grenzflächen, wie es zum Beispiel bei Polymer-Glas-Verbunden auftritt[32,33].

Als weitere Grundmechanismen für die direkte Bildung von Mikrorissen können schließlich noch korrosive Einflüße und sogenannte innere Fehlstellen aufgeführt werden.
Beim Angriff eines aggressiven Umgebungsmediums kann es zu einer direkten Trennung von Molekülketten kommen, die dann auch als Riß angesehen werden muß[34,35,36].
Die inneren Fehlstellen resultieren aus verarbeitungstechnischen und molekularen Gegebenheiten. So können in massiven Spritzgußteilen infolge innerer Spannungen beim Abkühlen Spalten oder Hohlräume aufbrechen. Die inneren Spannungen resultieren aus thermischer Schrumpfung und zusätzlich bei teilkristallinen Polymeren aus Volumenkontraktion infolge Kristallisation[37].

1.3 Grundlagen der Bruchmechanik und deren Anwendung auf Polymere

Das Grundkonzept der Bruchmechanik befaßt sich mit der Analyse des Verhaltens eines Einzelrisses in einem linearelastischen Werkstoff. Dabei werden drei charakteristische Beanspruchungsmodi angewandt: die einfache Rißöffnung (Modus I), die Längsscherung (Modus II) und die Querscherung (Modus III) (Bild 5)[38-41].

Die im folgenden für die wichtigste Beanspruchungsart, Modus I, aufgeführten Grundlagen lassen sich für Polymere jedoch nur in sehr begrenztem Umfang einsetzen, da diese nur im glasartigen Zustand weit unterhalb T_g ein linearelastisches Verhalten aufweisen.

Ausgehend von ersten Ansätzen zur Beschreibung von Spannungen vor der Rißspitze[42,43], lassen sich diese durch den Spannungsintensitätsfaktor K erfassen[44]:

$$K = \sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y \qquad (1.1)$$

Dabei ist σ die äußere Nennspannung, a die Länge des Risses und Y ein Faktor, der sowohl die Lage des Risses als auch die Geometrie der Probe berücksichtigt.

Eine Energiebetrachtung liefert als weitere bruchmechanische Kenngröße die spezifische Bruchenergie oder Energiefreisetzungsrate G[45,46,47]. Ein Riß wird dann bei der geringsten Spannungserhöhung instabil, wenn G die spezifische Bruchflächenenergie 2γ erreicht. Die Beziehung

$$G_c = 2\gamma \qquad (1.2)$$

kann somit als Kriterium für instabile Rißausbreitung bei ideal spröden Werkstoffen angesehen werden.

Dabei ist γ lediglich bei Metallen gleich der Oberflächenenergie. Für Polymere muß man stärker differenzieren. Bei linearelastischem Verhalten setzt sich γ aus der durch die intermolekularen Bindungen bestimmten Oberflächenenergie und der etwa hundertfach größeren C-C-Bindungsenergie zusammen.

Weiterhin muß berücksichtigt werden, daß im Normalfall bei polymeren Werkstoffen kein linearelastisches Verhalten auftritt und die Bruchflächenenergie zusätzlich durch die plastische Verformungsenergie vergrößert wird.

Zwischen der Energiefreisetzungsrate G und dem Spannungsintensitätsfaktor besteht über den Elastizitätsmodul E ein proportionaler Zusammenhang[48]:

$$G = K^2 / E \qquad (1.3)$$

Die kritische Spannungsintensität K_c, auch Bruchzähigkeit genannt, kann ab einer bestimmten Mindestdicke als konstanter Werkstoffkennwert, als K_{Ic}-Wert, angesehen werden. Unterhalb dieser Mindestdicke steigt K_c an, bedingt durch den Übergang vom ebenen Dehnungs- zum ebenen Spannungszustand[49].

Das bisher dargestellte Grundkonzept der linearelastischen Bruchmechanik verliert mit zunehmender Plastizität vor der Rißspitze an Gültigkeit. Dies ist besonders bei Polymeren der Fall, die bei normalen Gebrauchsbedingungen deutliche plastische Verformung aufweisen. Diese verformten Zonen können Ausmaße erreichen, die in der Größenordnung des Bauteils liegen ("general yielding").

Es existieren jedoch eine Reihe von Ansätzen zur Berücksichtigung der plastischen Zone[50-53]. Dabei muß man grundsätzlich zwei Modelle zu deren Form unterscheiden (Bild 6). Davon trifft das Modell nach Bilby und Swinden[50] speziell für Metalle zu, da hier die Schubspannungen eine maßgebliche Be-

deutung haben. Demgegenüber ist für Polymere das Dugdale-Modell[53] wahrscheinlicher, welches eine Ausbildung der plastischen Zone unter Normalspannung postuliert.

In allen Fällen wird eine Verlängerung der effektiven Rißlänge um den Radius der plastischen Zone angenommen. Wird das Verhältnis von plastischer Zone zu Rißlänge jedoch sehr groß, wie es speziell bei polymeren Werkstoffen der Fall sein kann, dann wird die Bestimmung der effektiven Rißlänge ungenau.

Aus diesem Grunde wurden zwei weitere Konzepte zur Berücksichtigung plastischer Deformation im Rißgrund erstellt. Ausgehend vom Dugdale-Modell der plastischen Zone entwickelte Wells[54,55] das COD (crack opening displacement)-Konzept. Mit Hilfe der Rißöffnung δ eröffnet sich die Möglichkeit, elastisches und plastisches Verhalten zu erfassen. Dabei besteht zwischen Streckgrenze σ_s und Energiefreisetzungsrate G für nicht verfestigende Werkstoffe der folgende Zusammenhang:

$$G = \sigma_s \cdot \delta \qquad (1.4)$$

Eine weitere Möglichkeit, die Spannungs-Dehnungs-Verhältnisse in der Nähe der Rißspitze eines elastisch-plastischen Werkstoffes zu charakterisieren, bietet das von Rice und anderen[55,56,57] definierte J-Integral. Das J-Integral beinhaltet die Änderung der potentiellen Energie pro Flächeneinheit eines Risses und liefert so eine bruchmechanische Kenngröße, die für kleine plastische Zonen äquivalent G wird.

Die aufgeführten Methoden zur Berücksichtigung größerer plastischer Verformung lassen sich für Polymere wiederum nur in geringem Umfang anwenden, da die Grundvoraussetzung des idealplastischen Verhaltens speziell bei den teilkristallinen Thermoplasten wegen ihrer starken Verfestigung nicht erfüllt ist. So ist in vielen Fällen lediglich die Bestimmung

eines K_c-Wertes aus dem Maximum der Kraft-Rißaufweitung-Kurven möglich, der den Beginn der instabilen Rißausbreitung kennzeichnet, aber keine direkte bruchmechanische Gültigkeit im Sinne eines Werkstoffkennwertes hat, der unabhängig von Probengröße und -form ist. Treten zusätzlich ausgeprägte Kriecheffekte auf, muß die Anwendbarkeit der Kriechbruchmechanik[58,59] geprüft werden.

Allgemein muß bei der Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte von Polymeren die Anwendung der einzelnen Bruchmechanikschritte auf den jeweiligen Zustand abgestimmt werden[41]. Daher befaßt sich ein Großteil der bekannten Untersuchungen mit dem Einfluß von z.B. Temperatur, Molekulargewicht oder Deformationsgeschwindigkeit auf die Bruchzähigkeit von amorphen Werkstoffen[60-65], da hier auf Grund der relativ geringen plastischen Verformbarkeit noch die Anwendung der grundlegenden bruchmechanischen Konzepte möglich ist.

Über teilkristalline Polymere liegen bedingt durch ihre meist hohe Duktilität und Verfestigung nur wenig Ergebnisse vor, dennoch ist eine bruchmechanische Betrachtung grundsätzlich möglich[13,41,66], wenn auch teilweise nur für die jeweilige Probenform gültige K_c-Werte bestimmt werden können. Die vorliegenden Arbeiten befassen sich meist mit dem Einfluß von Temperatur, Morphologie und Molekulargewicht bei massivem Material[31,67,68].

Die Grenzen der Bruchmechanik zeigt die Betrachtung von Polymerfolien, hier ist ihre Anwendung nur noch in Ausnahmefällen möglich, da es in der Regel wegen extrem hoher Plastizität nur zu einem unterkritischen Rißwachstum oder einem Durchreißen nach "general yielding" kommt[69].

1.4 Ermüdungsrißausbreitung in thermoplastischen Polymeren

Die Ausbreitung von Mikrorissen unter Ermüdungsbeanspruchung kann mit Hilfe bruchmechanischer Grundlagen analysiert werden. Entsprechend Gleichung 1.1 wird das Spannungsfeld vor der Rißspitze durch die Schwingbreite der Spannungsintensität $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ beschrieben:

$$\Delta K = \Delta\sigma \cdot \sqrt{a} \cdot Y \qquad (1.5)$$

Zur weiteren Charakterisierung der Ermüdungsbedingungen wird das Verhältnis von K_{min} zu K_{max}, der R-Wert, angegeben:

$$R = K_{min} / K_{max} \qquad (1.6)$$

Im Gegensatz zur Rißausbreitung unter statischer Beanspruchung, wo plastische Verformung eine Erhöhung des Rißausbreitungswiderstandes hervorruft, ist die Ermüdungsrißausbreitung nur durch plastische Verformung möglich.

Ausgehend vom COD-Konzept kann Gleichung 1.4 bei Ermüdung für einen Zyklus als

$$\Delta G = \sigma_s \cdot \delta \qquad (1.7)$$

angesetzt werden.
Unter der Voraussetzung, daß die durch plastische Verformung hervorgerufene Rißöffnung δ jeweils proportional dem Rißfortschritt da/dN ist, läßt sich mit Hilfe einer Konstanten A´ die folgende Beziehung aufstellen:

$$\Delta G / \sigma_s = \delta = da/dN \cdot A' \qquad (1.8)$$

Ersetzt man nun entsprechend Gleichung 1.3 ΔG durch $\Delta K^2/E$, folgt der direkte Zusammenhang mit der halbempirisch bestimmten Paris-Beziehung[69]:

$$da/dN = A \cdot \Delta K^m \qquad (1.9)$$

Dabei sind A und m empirische Werkstoffkonstanten. In A sind

gleichzeitig Streckgrenze σ_s und Elastizitätsmodul E enthalten. Die Rißausbreitung findet in einem Spannungsintensitätsbereich statt, der nach oben durch einen der Bruchzähigkeit K_c entsprechenden Wert ΔK_c begrenzt ist. Die untere Grenze bildet ein ΔK_o-Wert, der z.B. definiert sein kann als die Spannungsintensitätsamplitude, bei der die Rißgeschwindigkeit da/dN kleiner als 10^{-6} mm/Lastwechsel ist.

Untersuchungen zur Ermüdungsrißausbreitung in thermoplastischen Polymeren sind in einigen Übersichtsarbeiten[70,71,72] umfassend dargestellt. Die Mehrzahl der bekannten Arbeiten beschäftigt sich mit dem Verhalten amorpher Thermoplaste. Eine grundlegende Erkenntnis ist zunächst in allen Fällen die Gültigkeit der Paris-Beziehung (Gleichung 1.9). Weiterhin treten häufig Ermüdungslinien auf den Bruchflächen auf, die meist in Korrelation mit der Lastwechselzahl stehen.

Die Variation molekularer und äußerer Parameter führt lediglich zu einer quantitativen Änderung des Rißausbreitungswiderstandes. So resultiert sowohl aus einer Erhöhung des Molekulargewichtes[73,74] als auch aus einer Steigerung der Prüffrequenz[75,76] ein größerer Widerstand gegen Rißausbreitung, d.h. bei gleicher Spannungsintensität ΔK ist die Rißgeschwindigkeit da/dN geringer.
Eine Erklärung dafür liefert Gleichung 1.8. Die Erhöhung des Molekulargewichtes bewirkt ein Anwachsen der Streckgrenze σ_s und damit einen kleineren Rißfortschritt. Der gleiche Effekt bei der Steigerung der Prüffrequenz ist dadurch bedingt, daß eine höhere Frequenz einer höheren Verformungsgeschwindigkeit entspricht und so eine geringere Verformung δ hervorruft.

Bei der Betrachtung der Prüffrequenz ist jedoch auf Grund der schlechten Wärmeleitfähigkeit von Polymeren zu berücksichtigen, daß hohe Frequenzen zu einer deutlichen Erhöhung der Temperatur vor der Rißspitze führen können[72,77,78]. Da-

mit ist die Möglichkeit des thermischen Versagens gegeben.

Für teilkristalline Thermoplaste sind relativ wenig Untersuchungen bekannt. Sie sind jedoch wegen ihres höheren Widerstandes gegenüber der Ausbreitung von Ermüdungsrissen[79] von besonderem Interesse (Bild 7).
Die vorhandenen Arbeiten befassen sich in der Hauptsache mit Polyäthylen und Polyamid[30,71,72,80,81], Auch hier wird die Gültigkeit der Paris-Beziehung gefunden, und die Tendenzen bezüglich des Einflusses von Molekulargewicht und Frequenz sind wie bei den amorphen Thermoplasten.

Ganz besonders wird jedoch darauf hingewiesen, daß bei einigen teilkristallinen Polymeren wie Polytetrafluoräthylen und Polypropylen unter den von den jeweiligen Autoren gewählten Bedingungen überhaupt keine Ermüdungsrißausbreitung möglich ist[70,71].

1.5 Ziel der Arbeit

Bruchmechanische Messungen an teilkristallinen Thermoplasten sind auch bei großen Probendimensionen meist durch die Ausbildung einer großen plastischen Zone vor der Rißspitze gekennzeichnet. Daraus resultiert die Schwierigkeit der K_{Ic}-Bestimmung unter den Bedingungen eines ebenen Dehnungszustandes. Zusätzlich zeigen die Materialkennwerte von Polymerwerkstoffen jedoch eine deutliche Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit[82,83,84]. Durch die zunehmende Versprödung mit steigender Geschwindigkeit bietet sich hiermit eine Möglichkeit die bruchmechanischen Kennwerte unter Sprödbruchbedingungen zu ermitteln.

Daher soll im Rahmen dieser Arbeit mit Hilfe von Schnellzerreißversuchen am Beispiel des Polypropylen die Möglichkeit der K_{Ic}-Bestimmung durch Variation der Zerreißgeschwindigkeit bei kleineren Probendicken untersucht werden. Da bei den meist sphärolithisch kristallisierenden Thermoplasten gleichzeitig die Größe der Sphärolithe von Bedeutung ist[68,85,86], wird parallel am Beispiel des fein- und grobsphärolithischen Polypropylens der Geschwindigkeitseinfluß dargestellt.

Der zweite Teil der Arbeit behandelt die Ermüdungsrißausbreitung teilkristalliner Polymere. Da auf diesem Gebiet im Vergleich zu den Untersuchungen an amorphen Thermoplasten nur relativ wenig Erkenntnisse vorhanden sind, werden an ausgewählten Polymeren die Mechanismen der Ermüdungsrißausbreitung dargestellt und erläutert.

Von besonderem Interesse ist dabei das Verhalten von Polypropylen und Polytetrafluoräthylen, die als extrem widerstandsfähig gegen die Ausbreitung von Ermüdungsrissen bekannt sind[70,71]. In einer Gegenüberstellung mit den Werkstoffen Polyäthylen und Polyamid, für die ein normales Ermüdungsverhalten bereits bekannt ist, sollen unter vergleichbaren Bedingungen die unterschiedlichen Verhaltensweisen charakterisiert werden. Hierbei soll spezielles Augenmerk auf den Einfluß verschiedener molekularer Strukturen gelegt werden.
Ergänzend wird an einzelnen Beispielen der Einfluß von Probendicke und Morphologie untersucht.

2. Experimentelle Methoden

2.1 Versuchsmaterial

Bei den verwendeten Werkstoffen (Tabelle 1) handelt es sich um handelsübliche teilkristalline Polymere, die in Form von gepreßten Platten vorlagen. Mit Ausnahme des Polypropylen (PP) wurden die Materialien im Anlieferungszustand eingesetzt.

Die morphologische Struktur war abgesehen vom Polytetrafluoräthylen (PTFE) sphärolithisch. Die beiden Polyäthylen (PE)-Typen, die sich lediglich im Molekulargewicht unterscheiden -- LMWPE: $\bar{M}_w$=100.000; HMWPE: $\bar{M}_w$=450.000 -- hatten ein feinstsphärolithisches Gefüge mit einem mittleren Sphärolithdurchmesser von etwa 5 µm. Polyamid-6 (PA6) und Polybuten (PB) hatten eine etwas gröbere feinsphärolithische Struktur mit einem mittleren Durchmesser von ca. 50 µm. Lediglich das PTFE wies ein teilkristallines Gefüge ohne Überstruktur mit regelloser Anordnung der Kristallamellen auf[87].

Beim PP erfolgte zur Herstellung von zwei unterschiedlichen Morphologietypen eine gezielte Wärmebehandlung der gepreßten Platten. In Anlehnung an in der Literatur bereits beschriebene Methoden[88,89] wurden die Platten in einer metallischen Form 60 min. bei 220°C aufgeschmolzen. Durch direktes Abschrecken aus der Schmelze in Wasser konnte der Normalzustand, ein feinsphärolithisches Gefüge mit einem mittleren Sphärolithdurchmesser von 50 µm, eingestellt werden. Zur Erzielung eines grobsphärolithisches Gefügetyps schloß sich direkt an das Aufschmelzen eine isotherme Auslagerung von 360 min. bei 130°C mit anschließender Wasserabkühlung an. Diese Behandlung hatte ein Sphärolithgefüge mit einem mittleren Durchmesser von etwa 450 µm zur Folge.

2.2 Zugversuche

Alle Zugversuche wurden mit gefrästen Flachzugproben durchgeführt, deren Form und Abmessungen in Bild 8 dargestellt sind. Dabei standen jeweils 5 Parallelproben zur Verfügung.

2.2.1 Zugversuche bei niedriger Geschwindigkeit

Für die Zugversuche zur Ermittlung der mechanischen Kennwerte aller untersuchten Polymere stand eine Universalprüfmaschine, Typ ZWICK 1387, mit elektronischer Kraft- und Wegaufzeichnung zur Verfügung. Die Messungen fanden statt bei Raumtemperatur ($23^{\circ}C \pm 1^{\circ}$) und einer Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon} = 3{,}6 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$.

Zur Ermittlung des reversiblen Verformungsanteils, der für die Deutung der Ermüdungsrißausbreitung von Bedeutung ist, wurden jeweils neue Proben bis zu bestimmten Dehnungswerten gezogen und dann mit der gleichen Geschwindigkeit entlastet. Der Differenzbetrag zwischen Dehnung im belasteten und im unbelasteten Zustand ist dabei als reversibler Verformungsanteil ε_{rev} definiert (Bild 9).

2.2.2 Schnellzugversuche

Zugversuche zur Darstellung des Geschwindigkeitseinflusses auf die Festigkeit wurden an einer servohydraulischen Prüf-

maschine, Typ SCHENCK POZ 0592, durchgeführt. Der untersuchte Geschwindigkeitsbereich lag zwischen 10^{-5} und 10m/s, daraus folgt unter Berücksichtigung der gewählten Probengeometrie eine Verformungsgeschwindigkeit von $3{,}6 \cdot 10^{-4}$ s^{-1} bis $3{,}6 \cdot 10^{2}$ s^{-1}.
Die Aufzeichnung der Kraft-Weg-Verläufe erfolgte mit Hilfe zweier Transientenrekorder, Typ BIOMATION 805.

Diese Versuche wurden nur an den beiden Morphologietypen des PP ausgeführt.

2.3 Bruchmechanische Messungen

Zunächst mit allen untersuchten Werkstoffen durchgeführte Bruchmechanik-Versuche bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 10^{-4} m/s dienten durch Bestimmung der kritischen Kräfte zur Festlegung des Kraftbereiches für die Ermüdungsrißausbreitungsmessungen.

Für die Ermittlung der Bruchzähigkeitswerte und des Rißausbreitungsverhaltens unter dem Einfluß der Geschwindigkeit wurden die weiteren Versuche stellvertretend nur an PP durchgeführt. Die Betrachtung beider Gefügetypen, fein- und grobsphärolithisch, berücksichtigte den Morphologieeinfluß.

Zur Versuchsdurchführung konnte wiederum die auch für die Zugversuche benutzte servohydraulische Prüfmaschine eingesetzt werden. Die Geschwindigkeiten lagen zwischen 10^{-4} und 10 m/s und die Umgebungstemperatur betrug 23°C ($\pm$ 1°).

Die Versuche wurden an CT-Proben verschiedener Dicke, ver-

sehen mit einem Rasierklingenanriß, ausgeführt. Diese Anrißherstellung mit Hilfe einer Rasierklinge ist bei teilkristallinen Polymeren allgemein üblich[31,71,81,83]. Die Form und die Abmessungen der Proben sind in Bild 10 dargestellt.

Die Bruchzähigkeitswerte lassen sich unter Verwendung der Maximalkraft aus dem Kraft-Rißaufweitung-Diagramm nach der folgenden Beziehung bestimmen[90]:

$$K_c = \frac{F_c \cdot \sqrt{a}}{d \cdot W} \cdot Y \qquad (2.1)$$

mit $Y = 29{,}6 - 185{,}5(a/W) + 655{,}7(a/W)^2 - 1017(a/W)^3 + 638{,}9(a/W)^4$

2.4 Ermüdungsrißausbreitung

Die Messungen zur Ermüdungsrißausbreitung wurden an der schon erwähnten Universalprüfmaschine, Typ ZWICK 1387, durchgeführt. Die zusätzliche Ausstattung der Maschine mit einem Meßmikroskop, Typ WILD M400, ermöglichte die mikroskopische Messung des Rißfortschritts Δa.

Die Untersuchungen berücksichtigten jeweils den Normalzustand der einzelnen Polymere bei Raumtemperatur an 5 mm dicken CT-Proben mit Rasierklingenanriß, deren Geometrie in Bild 10 dargestellt ist.

Die dynamische Beanspruchung wurde im Zug-Schwell-Bereich als jeweils konstante dreieckförmige Kraftamplitude aufgebracht. Dabei betrug der R-Wert, also das Verhältnis von Unterlast zu Oberlast, annähernd Null. Die Belastungsfrequenz war mit 0,1 Hz bewußt klein, da höhere Frequenzen eine Temperaturerhöhung im Rißgrund verursachen können und somit zu thermischem Versagen führen können[77,78,91]. Lediglich einige ergänzende Messungen gingen bis zu Frequenzen von 5 Hz.

Die zu den einzelnen Rißverlängerungen Δa gehörenden ΔK-Werte ließen sich entsprechend Gleichung 2.1 ermitteln.

Zusätzliche Rißausbreitungsmessungen an feinsphärolithischem PP und an HMWPE dienten der Darstellung des Einflusses der Probendicke. Einige ergänzende Versuche an grobsphärolithischem PP schließlich berücksichtigten den Morphologieeinfluß.

2.5 Mikroskopische Messungen

Die mikroskopischen Untersuchungen wurden mit Hilfe der Licht- und Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt. Messungen der Sphärolithdurchmesser an Mikrotom-Dünnschnitten im polarisierten Durchlicht charakterisierten die einzelnen Gefüge.

Auflicht- und Rasterelektronenmikroskopie dienten zur Beurteilung der Rißverläufe und Bruchflächen sowie deren Korrelation mit den makroskopischen Ergebnissen.

Für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen mußten die einzelnen Proben durch Aufdampfen einer Goldschicht elektrisch leitfähig gemacht werden.

Einige zusätzliche Röntgenbeugungsaufnahmen an belasteten und unbelasteten Proben sollten schließlich noch Aufschluß über die molekulare Ausrichtung geben. Dazu wurden hochvorverformte PP- und HMWPE-Proben in einem Probenhalter weitergezogen und durchstrahlt.

3. Versuchsergebnisse

3.1 Zugversuche

3.1.1 Bestimmung des reversiblen Verformungsanteils

Die Zugversuche an allen untersuchten Werkstoffen bei einer Verformungsgeschwindigkeit von $3{,}6 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$ lieferten aus den Spannungs-Dehnungs-Kurven (Bild 11) zunächst die in Tabelle 1 dargestellten mechanischen Kennwerte. Die Kurven weisen für beide PE-Typen, PA und PP eine diskontinuierliche Streckgrenze σ_s auf. Abgesehen von dem Streckgrenzenmaximum zeigt lediglich das niedermolekulare LMWPE eine Besonderheit. Hier fällt die nominelle Spannung vor dem Bruch deutlich ab.

Die auf den jeweiligen eingeschnürten Querschnitt bezogenen wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurven (Bild 12) zeigen für alle Polymere eine starke Verfestigung bei plastischer Verformung.
Aus beiden Arten von Spannungs-Dehnungs-Kurven lassen sich jedoch keine grundlegenden Unterschiede im Verhalten der einzelnen Polymere ablesen.

Einen deutlichen Unterschied zwischen PE -- sowohl nieder- als auch hochmolekular -- und PA auf der einen Seite sowie PP, PTFE und PB auf der anderen Seite liefert erst die Aufteilung der Dehnung ε im Zugversuch in einen reversiblen und einen plastischen Teil. Die Auftragung des reversiblen Verformungsanteils ε_{rev} gegenüber der Gesamtverformung ε (Bild 13) zeigt für die Werkstoffe der ersten Gruppe -- LMWPE, HMWPE und PA -- nach zunächst linearem Anstieg einen im weiteren nur noch geringen Anstieg der reversiblen Ver-

formungsfähigkeit bis hin zum Bruch. Bei den Polymeren der zweiten Gruppe -- PP, PTFE und PB -- ist der Verlauf anders. Hier nimmt gegen Ende der Gesamtverformung der reversible Anteil noch einmal deutlich zu.

Mathematisch läßt sich die Charakteristik der Kurvenverläufe durch die zweite Ableitung $d^2\varepsilon_{rev}/d\varepsilon^2$ beschreiben. Zunächst gilt für alle Werkstoffe:

$$\frac{d^2\varepsilon_{rev}}{d\varepsilon^2} < 0 \qquad (3.1)$$

d.h. die Kurve ist rechtsgekrümmt.
Zusätzlich schließt sich für PP, PTFE und PB ein weiterer linksgekrümmter Bereich an mit:

$$\frac{d^2\varepsilon_{rev}}{d\varepsilon^2} > 0 \qquad (3.2)$$

3.1.2 Schnellzugversuche

3.1.2.1 Feinsphärolithische Morphologie

Die stellvertretend an PP durchgeführten Zugversuche in Abhängigkeit von der Verformungsgeschwindigkeit zeigen im unteren Geschwindigkeitsbereich das für PP bekannte Verhalten. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve (Bild 11d) durchläuft zunächst ein Maximum, mit dem das Auftreten einer lokalen Einschnürung verbunden ist. Wegen dieser Einschnürung ist es hier sinnvoll, die wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurve (Bild 12d) zu betrachten, um genaue Aussagen über die wahre Bruchspan-

nung und damit die Verfestigung des Materials machen zu können.

Bei niedriger Geschwindigkeit tritt in Verbindung mit der Einschnürung eine sehr starke Verfestigung auf, diese bewirkt eine hohe wahre Bruchspannung σ_{BW}. Mit zunehmender Verformungsgeschwindigkeit nimmt die Verfestigung ab, die Streckgrenze erhöht sich und die wahre Bruchspannung fällt (Bild 14). Da bei den hohen Geschwindigkeiten die plastische Verformung des PP weiter nachläßt, kommt es schließlich dazu, daß ein sehr sprödes Materialverhalten eintritt und Bruchspannung und Streckgrenze zusammenfallen.

Das unterschiedliche Verhalten bei den verschiedenen Geschwindigkeiten zeigt sich bereits im makroskopischen Aussehen der Proben. Die niedrige Geschwindigkeit ergibt eine starke Einschnürung, in der der Werkstoff später bricht. Der Schnellzerreißversuch verursacht einen reinen Sprödbruch, der keine Merkmale plastischer Verformung aufweist.

3.1.2.2 Grobsphärolithische Morphologie

Im Zugversuch versagt das grobsphärolithische PP bereits bei den niedrigen Geschwindigkeiten durch einen makroskopisch spröde erscheinenden Bruch, $\sigma_s = \sigma_B$. Mit zunehmender Geschwindigkeit ergibt sich eine deutliche Erhöhung der Streckgrenze (Bild 15).

Parallel dazu zeigen die entsprechenden Bruchflächen (Bild 16) eine Änderung des Rißausbreitungsmechanismus. Vom reinen interspulenbruchartigen Grenzenbruch (Bild 16a,b) mit anfangs kaum verformten Verstreckungsmerkmalen auf den Grenzflächen

wandelt sich das Bruchbild zum transsphärolithischen. Mit wachsender Geschwindigkeit geht der Riß zunehmend durch die Sphärolithe hindurch (Bild 16c,d).

Durch Ausplanimetrieren der beiden Bereiche unterschiedlicher Rißausbreitung auf den Bruchflächen läßt sich der Flächenanteil an transsphärolithischem Bruch F_S annähernd von der Geschwindigkeit darstellen (Bild 17).

3.2 Bruchmechanische Messungen

3.2.1 Feinsphärolithische Morphologie

Beim Bruchmechanik-Versuch an CT-Proben aus feinsphärolithischem PP verursacht das Aufreißen der Proben mit niedrigen Geschwindigkeiten eine deutlich ausgeprägte Verformungszone vor der Rißspitze (Bild 18). Diese Verformungszone kennzeichnet die plastische Zone im Rißgrund und ist auch auf der Bruchfläche vor dem Rasierklingenanriß als sogenannter Weißbruch zu finden. Dadurch zeigt sich in Bild 19 auch die Problematik der K_{Ic}-Messung bei niedrigen Geschwindigkeiten. Bei 10^{-4} m/s ist selbst bei einer Probendicke von 25 mm noch eine deutliche Zone plastischer Verformung zu erkennen.

Der Verlauf der Bruchzähigkeit K_c gegenüber der Dicke B (Bild 20) zeigt den bekannt starken Abfall bei kleiner Probendicken. Bei einer Geschwindigkeit von 10^{-4} m/s tritt aber auch bei größeren Dicken noch eine deutlich fallende Tendenz auf. Eine Steigerung der Zerreißgeschwindig-

keit zunächst auf 10^{-3} m/s ergibt eine Verschiebung der Kurve zu geringeren K_c-Werten und der Dickeneinfluß wird reduziert, d.h. der Kurvenverlauf ist flacher. Dennoch zeigt sich auch hier bei größeren Dicken noch eine fallende Tendenz. Erst bei einer deutlichen Geschwindigkeitserhöhung auf 1 m/s liegen die Bruchzähigkeitswerte auf einem sehr niedrigen Niveau und gehen bei größeren Dicken in einen konstanten Verlauf über.

Durch eine Darstellung als Funktion der Probendicke kann der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit noch besser verdeutlicht werden (Bild 21). Hier wird der Abfall der Bruchzähigkeit mit ansteigender Geschwindigkeit klar herausgestellt. Mit abnehmender Probendicke verstärkt sich der Einfluß der Zerreißgeschwindigkeit. Bei einer bestimmten Geschwindigkeit ist schließlich eine endgültige Bruchzähigkeit gegeben. Diese wird für dickere Proben innerhalb des Meßbereiches erreicht; bei den dünneren Proben sind, wie die Extrapolation zeigt, höhere Geschwindigkeiten notwendig.

Die ergänzende rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Bruchflächen soll im folgenden für niedrige und hohe Geschwindigkeit gegenübergestellt werden. Eine erste Übersicht (Bild 22) zeigt bei 10^{-4} m/s deutlich zwei Bereiche. Einmal die Verformungszone hinter dem Rasierklingenanriß, deren Länge zusätzlich von der Probendicke abhängt (Bild 19), sowie die anschließende Sprödbruchzone. Demgegenüber liefert der Schnellzerreißversuch mit 10 m/s nur eine relativ glatte Sprödbruchzone.
Einzelheiten des Rißanfangs sind noch einmal in Bild 23 dargestellt. Die Verformungszone bei niedriger Geschwindigkeit weist eine sehr hohe plastische Verformung in Form von stark verstreckter Sphärolithsubstanz auf (Bild 23a). Bei Erreichen der minimalen Bruchzähigkeit dagegen ist das Bruchbild von Beginn an spröde (Bild 23b).

3.2.2 Grobsphärolithische Morphologie

Die bruchmechanischen Messungen zeigen für das grobsphärolithische PP genau wie im Zugversuch bei niedrigen Geschwindigkeiten einen makroskopischen Sprödbruch entlang der Sphärolithgrenzen. Bei einer Variation der Probendicke tritt wieder bei kleineren Dicken ein relativ deutlicher Abfall der Bruchzähigkeit auf, aber bei einer Dicke von etwa 12 mm ist bereits ein ebener Dehnungszustand und somit ein Übergang der Bruchzähigkeit K_c in K_{Ic} erreicht (Bild 24).

Zur Darstellung des Geschwindigkeitseinflusses werden im folgenden 3 mm und 17 mm dickes Material gegenübergestellt (Bild 25). Die 3 mm Proben haben gegenüber der Geschwindigkeit im gesamten untersuchten Bereich einen konstanten Bruchzähigkeitswert. Im Gegensatz dazu steigt die Bruchzähigkeit bei 17 mm Dicke mit schnellerer Deformation vom niedrigen Wert des ebenen Dehnungszustandes auf die Höhe der Bruchzähigkeit des 3 mm dicken Materials an.

Die anschließende mikroskopische Analyse der Bruchflächen führt zu einer weiteren Klärung des Verhaltens. Die Bruchmerkmale gleichen denen, die auch im Zugversuch auftreten. Der intersphärolithische Bruch wandelt sich mit steigender Geschwindigkeit zunehmend in einen transsphärolithischen (Bild 16).

3.3 Ermüdungsrißausbreitung

3.3.1 Vergleich der verschiedenen Polymere

Bei den Messungen der Ermüdungsrißausbreitung zeigt sich zunächst vor der Rißspitze bei allen untersuchten Polymeren im Normalzustand eine Verformungszone, in die der Riß hineinläuft. Diese Verformungszone, in Bild 26 an drei Beispielen dargestellt, kennzeichnet wie im statischen Versuch die plastische Zone im Rißgrund. Auch mikroskopisch besteht kein Unterschied in der Struktur von statischer und zyklischer plastischer Zone. Auffallend ist nur die hohe Verformbarkeit des PTFE, wo noch hinter dem eigentlichen Rißgrund einige stark verstreckte Fibrillen nicht zerstört worden sind, und zum andern beim niedermolekularen LMWPE die Lochbildung vor der eigentlichen Rißspitze, welche auf eine geringe Verformbarkeit im Rißgrund hinweist. Eine weitere mikroskopische Analyse der Verformungszone im Durchlicht (Bild 27) zeigt durch das Auftreten von Crazes, daß diese durch Zugspannungen verursacht wird.

Gemessen wird in allen Fällen dabei für die Aufstellung von Δa-N-Kurven und die Bestimmung der Spannungsintensität ΔK jeweils die eigentliche Rißspitze ohne Verformungszone.

Die Kurven Rißwachstum Δa gegenüber der Lastwechselzahl N sind in Bild 28 schematisch gezeigt. Für die beiden PE-Typen und für PA6 tritt ein bekanntes Verhalten auf (Bild 28a), der Riß verlängert sich exponentiell mit zunehmender Lastwechselzahl. Dabei beeinflußt die Höhe der Kraftamplitude lediglich die Steigung der Kurve. Mit zunehmender Amplitude wird der Riß bei geringeren Lastwechselzahlen schneller.

Ganz anders stellt sich das Verhalten von PP, PTFE und PB dar (Bild 28b). Hierbei können in Abhängigkeit von der Höhe der Kraftamplitude ΔF verschiedene Formen des Rißwachstums auftreten. Bei niedrigen Amplituden geht das Rißwachstum nach anfangs relativ starkem Anstieg in eine Sättigung über, d.h. der Riß kommt zum Stillstand. Bei höheren Kraftamplituden geht die Rißlänge ebenfalls zunächst in eine Sättigung über, aber es schließt sich ein Übergang zu exponentiellem Wachstum an. Erst bei sehr hohen Kräften tritt die von allen nicht-spröden Werkstoffen bisher bekannte ständig zunehmende Rißverlängerung ein.

Am besten verdeutlichen die da/dN-ΔK-Diagramme das Rißausbreitungsverhalten (Bild 29). Bild 29a zeigt zunächst die Kurven für die Polymere mit normaler Rißausbreitung. Ab einer bestimmten Untergrenze setzt die Rißausbreitung ein und führt mit zunehmender Geschwindigkeit schließlich zum Versagen bei ΔK_c. Der Kurvenverlauf ist für beide PE-Typen und für PA6 prinzipiell gleich, unterschiedlich ist nur die Größe der beiden Grenzwerte und die Differenz zwischen beiden.

Die andere Gruppe der Polymere -- PP, PTFE und PB -- zeigt im da/dN-ΔK-Diagramm verschiedene Bereiche der Rißausbreitung (Bild 29b,c,d). Ab einer Untergrenze ΔK_o beginnt das Wachstum von Ermüdungsrissen. Dies sieht jedoch so aus, daß der Riß mit einer bestimmten Geschwindigkeit da/dN losläuft und dann auf Grund des abnehmenden Wachstums bei nur geringfügig ansteigender Spannungsintensität ΔK mit der Geschwindigkeit gegen Null läuft.

Mit zunehmendem ΔK wächst die Startgeschwindigkeit beim ersten Lastwechsel (N = 1), aber es gibt weiterhin eine Abnahme der Rißgeschwindigkeit in Richtung Null für N > 1. Erst bei höheren ΔK-Werten wechselt das Verhalten, es ergibt sich

das normale beschleunigte Wachstum mit Zunahme der Rißgeschwindigkeit bis hin zum Versagen bei ΔK_c.

Diese grundsätzlich unterschiedlichen Verhaltensweisen wurden auch bei einigen ergänzend durchgeführten Versuchen mit Frequenzen bis zu 5 Hz festgestellt.

Das Rißausbreitungsverhalten aller untersuchten Polymere läßt sich in vier Bereiche einteilen, wie in Bild 30 schematisch dargestellt ist:

Bereich I:	$\Delta K < \Delta K_o$	keine Rißausbreitung (RA)
Bereich II:	$\Delta K_o \leq \Delta K < \Delta K_1$	verzögerte stabile RA
Bereich III:	$\Delta K_1 \leq \Delta K < K_c$	beschleunigte stabile RA
Bereich IV:	$\Delta K_c \leq \Delta K$	instabile RA

Bei den Polymeren mit normaler Rißausbreitung fällt der Bereich II weg, d.h. $\Delta K_1 = \Delta K_o$. Dabei ist ΔK_o definiert als die Spannungsintensität, bei der kein Rißwachstum mit da/dN größer 10^{-6} mm/cycle auftritt.

Die Untersuchung der Bruchflächen läßt auch bei den teilkristallinen Polymeren meist Rückschlüsse auf die Belastungsgeschichte zu, da hier ebenfalls, wie bei amorphen Polymeren, in den meisten Fällen Ermüdungslinien auftreten. Eine Ausnahme bildet lediglich das niedermolekulare LMWPE (Bild 31). Hier treten keinerlei Ermüdungslinien auf, sondern nur bei höheren Vergrößerungen kleine Verstreckungsmerkmale.

Bei den anderen Polymeren der Gruppe mit normaler Rißausbreitung, HMWPE und PA6, treten deutliche Ermüdungsstreifen auf, die in Bild 32 am Beispiel des HMWPE dargestellt sind. Die Streifen stehen in einer 1:1-Korrelation mit der aufgebrachten Lastwechselzahl.

Das besondere Verhalten der anderen Gruppe wird auch bei der Betrachtung der Bruchflächen sichtbar. Die auftretenden

Merkmale lassen sich eindeutig den einzelnen Bereichen unterschiedlicher Rißausbreitung zuordnen (Bild 33). Es können zwei Arten von Ermüdungsstreifen auftreten. Charakteristisch für den Bereich II mit verzögerter stabiler Rißausbreitung sind Streifen, die mit zunehmendem Rißfortschritt schmaler werden und deren Anzahl nicht mit der Lastwechselzahl korrelierbar ist (Bild 33a).

Eine andere Form von Ermüdungslinien kennzeichnet den Bereich III mit beschleunigtem stabilen Rißwachstum. Diese werden in Richtung des Rißfortschritts breiter und stehen in einer 1:1-Korrelation mit der Lastwechselzahl (Bild 33b).

Bereich IV schließlich, in dem instabile Rißausbreitung auftritt, zeigt die typischen Sprödbruchmerkmale des instabilen Versagens (Bild 33c).

3.3.2 Einfluß von Probendicke und Morphologie

Unabhängig von dem besonderen Verhalten von PP, PTFE und PB stellt sich bei der Variation der Probendicke bei den Messungen der Ermüdungsrißausbreitung ein deutlicher Dickeneinfluß ein. Dieser wird im folgenden an den Beispielen von HMWPE und PP dargestellt.

Beim HMWPE beginnt zunächst für alle Probendicken die Rißausbreitung ab einer gleichen Untergrenze (Bild 34). Im Anschluß daran kommt es mit wachsender Dicke zunächst zu einer langsameren Rißausbreitung. Da jedoch gleichzeitig bei geringeren Spannungsintensitäten das endgültige Versagen eintritt, knickt die Kurve früher in Richtung zu instabilem

Bruch ab.
Die Morphologie der Bruchflächen weist für alle Dicken die gleichen Merkmale auf, wie sie auch bei 5 mm dicken Proben auftreten (Bild 31).

Auch das PP zeigt bei einer Variation der Probendicke keine grundlegenden Änderungen des Verhaltens (Bild 35). Es verändern sich lediglich die Grenzen der Bereiche unterschiedlicher Rißausbreitung sowie die Anfangsgeschwindigkeiten da/dN im Bereich II mit verzögertem Rißwachstum. Konstant ist für alle Dicken auch hier die Untergrenze der Spannungsintensität ΔK_o, ab der die Risse zu wachsen beginnen. Die anderen Grenzwerte, ΔK_1 und ΔK_c, verschieben sich mit größeren Probendicken zu kleineren Werten. Gleichzeitig nehmen mit wachsender Dicke die Rißanfangsgeschwindigkeiten im Bereich II bei vergleichbaren Spannungsintensitäten ab.

Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Bruchflächen liefert für alle Probendicken die gleichen Erscheinungen. Es treten die jeweils für die Bereiche II, III und IV charakteristischen Merkmale auf, wie sie in Bild 33 dargestellt sind.

Die Berücksichtigung des Morphologieeinflusses mit Hilfe des grobsphärolithischen PP-Gefüges ergibt bei dynamischer Belastung kein eindeutiges Verhalten. Es gibt zwar teilweise eine kontinuierlich beschleunigte Rißausbreitung entlang der Sphärolithgrenzen, die schließlich zu instabilem Versagen führt, aber auf der anderen Seite besteht bei gleicher Belastung ebenfalls die Möglichkeit, daß der Riß entweder direkt vom Anriß aus, oder nach einem gewissen Rißfortschritt, in die Sphärolithe hineinläuft und dort wie auch im feinsphärolithischen Material abgestoppt wird. Damit läßt sich keine eindeutige Darstellung des Verhaltens durchführen.

Die Rasterelektronenmikroskopie bestätigt dies. Sie zeigt entweder eine Bruchfläche entlang der Sphärolithgrenzflächen ohne Anzeichen von Ermüdungslinien, wie in Bild 16a dargestellt, mit anschließend beinahe ebener Bruchmorphologie im Bereich des instabilen Versagens (Bild 16d), oder aber beim Hereinlaufen des Risses in die Sphärolithe stark verstreckte Sphärolithsubstanz mit unkorrelierbaren Ermüdungsstreifen (Bild 36).

3.4 Röntgenbeugungsmessungen

Bei den Röntgenbeugungsmessungen an hochverformten PP- und HMWPE-Proben wird auf Grund einer ausgeprägten Textur die starke molekulare Ausrichtung deutlich (Bild 37). Bringt man auf diese Proben eine zusätzliche elastische Verformung auf, so treten beim PE keine meßbaren Veränderungen im Beugungsbild auf. Ebenso ergeben sich keine Änderungen bei Entlastung.

Anders ist das Verhalten von PP. Hier bringt eine zusätzliche elastische Dehnung eine Verengung des Abstandes der Beugungspunkte in Zugrichtung. In Querrichtung treten keine meßbaren Abstandsänderungen auf. Die Verengung in Zugrichtung ist reversibel, d.h. nach der Entlastung geht der Abstand der Beugungspunkte auf den Ausgangswert zurück.

4. Diskussion der Ergebnisse

4.1 Einfluß der Geschwindigkeit auf das Bruchverhalten

4.1.1 Feinsphärolithische Morphologie

Die Ergebnisse der Zugversuche an feinsphärolithischem PP in Abhängigkeit von der Verformungsgeschwindigkeit ergänzen zum Teil Untersuchungen, die von anderen Autoren zu diesem Thema durchgeführt wurden. So ist der Anstieg der Streckgrenze mit steigender Geschwindigkeit auch von Goldbach[82)] gezeigt worden. Danach resultiert dieser aus einer zunehmenden Kriechneigung bei niedrigen Geschwindigkeiten, die schon bei kleineren Spannungswerten die molekulare Umordnung initiiert, welche durch die Streckgrenze makroskopisch angezeigt wird. Von größerer Bedeutung für die Erklärung des Bruchverhaltens ist jedoch der Verlauf der wahren Bruchspannung. Diese kennzeichnet das Verfestigungsvermögen infolge der molekularen Umordnung bei plastischer Verformung nach Überschreiten der Streckgrenze.

Je geringer die Verformungsgeschwindigkeit, desto stärker findet die Ausrichtung der Kristallamellen und der interlamellaren Verbindungsmoleküle statt. Bei Anlegen einer äußeren Spannung gleiten die Lamellen zunächst aneinander ab und ordnen sich zusammen mit den Verbindungsmolekülen zunehmend in Richtung der Normalspannung an, bis sich schließlich einzelne Kristallblöcke aus den Lamellen herauslösen und gemeinsam mit den Verbindungsmolekülen als fibrillare Struktur entlang der Normalspannungsrichtung ausbilden. Infolge dieses Vorganges erhält man eine ausgeprägte Textur.

Mit zunehmender Deformationsgeschwindigkeit reißen bereits vor der vollständigen Ausrichtung Bestandteile der Mikrostruktur und führen somit zu einer Absenkung der Bruchspannung. Dies ergibt schließlich das Zusammenfallen von Bruchspannung und Streckgrenze. Der dann noch folgende Spannungsanstieg resultiert daraus, daß der Bruch immer weniger entlang verschiedener Ebenen durch schwächere interlamellare Bereiche verläuft, sondern sich zunehmend auf eine Ebene normal zur äußeren Spannung konzentriert.

Die Ergebnisse der Zugversuche und deren Deutung tragen ebenfalls zur Klärung des Materialverhaltens im Bruchmechanik-Versuch bei. Auch hier tritt bei niedrigen Geschwindigkeiten im Rißgrund eine sehr starke plastische Verformung auf. Die Struktur der Verformungszone vor der Rißspitze läßt sich infolge des Spannungsverlaufes als Aneinanderreihung der einzelnen Phasen eines Zugversuches darstellen (Bild 38).

Daher ist die Umordnung und Verfestigung des Materials im Rißgrund ebenfalls geschwindigkeitsabhängig. Auch hier führt die niedrige Geschwindigkeit zu einer erhöhten Kriechneigung und somit zu einer stärkeren Verfestigung und einem höheren Widerstand gegen die Ausbreitung von Rissen[91].

Da innerhalb gut herstellbarer Dickenbereiche von PP die Verfestigung im Rißgrund nicht ausgeschaltet werden kann, ist die Variation der Deformationsgeschwindigkeit eine Möglichkeit den kleinsten und deshalb für die Festlegung von Berechnungsgrenzen sichersten Wert der Bruchzähigkeit, den K_{Ic}-Wert, zu bestimmen. Durch eine hohe Geschwindigkeit wird genau wie im Zugversuch eine Verfestigung verhindert. Der Riß läuft nicht mehr durch verstreckte molekulare Substanz mit erhöhter Festigkeit, sondern bewegt sich durch unverformte inter- und intralamellare Bereiche. Damit ist ein reiner Sprödbruch vorhanden und die Bestimmung des K_{Ic}-Wertes möglich.

4.1.2 Grobsphärolithische Morphologie

Bei der Betrachtung des Bruchverhaltens der grobsphärolithischen Morphologie von PP muß in Verbindung mit der Beanspruchungsgeschwindigkeit insbesondere die Inhomogenität des Gefüges Berücksichtigung finden. Für die Analyse wird im folgenden das Konzept der partiellen Eigenschaften angewandt. Neben der Verwendung für Verbundwerkstoffe hat sich dieses Konzept in neueren Arbeiten ebenfalls als geeignet erwiesen für die Erklärung von Rißausbreitungsmechanismen in grobzweiphasigen Legierungen und teilkristallinen Polymeren[92-95]. Nach Hornbogen und Friedrich[94] kann dabei eine makroskopische Eigenschaft P von den Volumenanteilen f_1 und den partiellen Eigenschaften $\overline{p}_1$ der einzelnen Gefügekomponenten i abhängen, entweder nach der Mischungsregel

$$P = \overline{p}_1 \cdot f_1 + \overline{p}_2 \cdot f_2 \qquad (4.1)$$

oder von der partiellen Eigenschaft und dem Volumenanteil nur einer Phase

$$P = \overline{p}_1 \cdot f_1 \qquad (4.2)$$

oder von der partiellen Eigenschaft nur einer Phase unabhängig von ihrem Volumenanteil

$$P = \overline{p}_1 \qquad (4.3)$$

Im vorliegenden Fall des grobsphärolithischen PP sind die partiellen Eigenschaften die Eigenschaften der Sphärolithe S sowie der Sphärolithgrenzen G. Zusätzlich kommt der Einfluß der Geschwindigkeit hinzu.

Bei einer Betrachtung der Streckgrenze bzw. Bruchspannung wird deutlich, daß entsprechend der Änderung des Rißausbreitungsmechanismus vom intersphärolithischen Grenzflächenbruch zum transsphärolithischen Bruch (Bilder 16,17) die Gleichungen (4.1) und (4.3) zur Deutung herangezogen werden müssen.

Auf Grund der unterschiedlichen molekularen Struktur der beiden Gefügebereiche ist ihr mechanisches Verhalten sehr verschieden. Bild 39a zeigt qualitativ den Unterschied bei niedrigen Geschwindigkeiten. Im Sphärolithen ergibt sich durch den hohen Kristallinitätsgrad eine hohe Härte und somit ein relativ sprödes Verhalten. Die aus hauptsächlich niedermolekularen und nicht kristallisationsfähigen Bestandteilen aufgebauten Grenzen sind sehr weich und weisen eine entsprechend geringere Festigkeit sowie einen ausgeprägten Fließbereich auf.

Trotz der hohen Verformbarkeit der Sphärolithgrenzen, die bei sehr niedrigen Geschwindigkeiten auch auf den Bruchflächen deutlich wird (Bild 16a), ist die Verformung ε des Gesamtgefüges sehr gering. Dies wird klar, wenn man Gleichung (4.1) für ε anwendet:

$$\varepsilon = \varepsilon_G \cdot f_G + \varepsilon_S \cdot f_S \qquad (4.4)$$

Dabei ist $f_S = (1 - f_G)$ und für f_G gilt

$$f_G = \bar{d}_G \; / \; \bar{D}_S \qquad (4.5)$$

mit $\bar{d}_G$ = mittlere Dicke der Sphärolithgrenzen und $\bar{D}_S$ = mittlerer Sphärolithdurchmesser, wobei das Verhältnis $\bar{d}_G \; / \; \bar{D}_S$ in Bereichen kleiner 1/100 liegt. So kann für die Verformbarkeit über den gesamten Geschwindigkeitsbereich

$$\varepsilon = \varepsilon_S \qquad (4.6)$$

angesetzt werden.

Der Rißverlauf wird maßgeblich bestimmt durch die bei niedrigen Geschwindigkeiten zunächst stark unterschiedliche Festigkeit der beiden Gefügebereiche. Nach Hornbogen und Friedrich[94] bestimmt das Verhältnis der partiellen Eigenschaften den maximal möglichen Rißumlenkwinkel ϕ_{max}. Setzt man für die partiellen Eigenschaften die Festigkeiten σ_G und

σ_S ein, folgt daraus

$$\sigma_G / \sigma_S = \cos \phi_{max} \qquad (4.7)$$

Damit ist gleichzeitig der Flächenanteil an Rißausbreitung entlang der Sphärolithgrenzen F_G festgelegt:

$$F_G = (1 - \cos \phi_{max}) \qquad (4.8)$$

Bei einem rein intersphärolithischen Bruch, wie er bei niedriger Geschwindigkeit auftritt, geht ϕ_{max} annähernd gegen 90^o, was gleichbedeutend ist mit einem sehr kleinen Verhältnis σ_G/σ_S .

Durch die Änderung der Festigkeiten infolge der Geschwindigkeitserhöhung nähert sich die Festigkeit der Sphärolithgrenzen weitgehend der Festigkeit des Sphärolithinneren, da in der anfangs weichen, stark verformungsfähigen Grenzflächensubstanz eine weitaus höhere Versprödung als im von Beginn an bereits relativ spröden Sphärolithinneren möglich ist (Bild 39b).

Die Grenzen für die Annäherung der beiden Festigkeiten werden bestimmt durch die in Bild 17 eingezeichneten Grenzgeschwindigkeiten v_{inter} und v_{trans}. Wie auch die Bruchflächen zeigen, sind bis v_{inter} Umlenkwinkel bis $\phi_{max} = 90^o$ möglich. Zwischen v_{inter} und v_{trans} nimmt ϕ_{max} kontinuierlich ab, bis schließlich ab v_{trans} der Riß mit $\phi_{max} = 0^o$ in einer Ebene durch den Werkstoff hindurch läuft.

Für den Bereich $v_{inter} < v < v_{trans}$ läßt sich die Geschwindigkeitsabhängigkeit von ϕ_{max} kennzeichnen mit

$$\tan \phi_{max} = C \cdot \frac{v_{trans} - v}{v - v_{inter}} \qquad (4.9)$$

wobei C als Werkstoffkonstante anzusehen ist.

Damit gilt nach trigonometrischen Beziehungen entsprechend für cos ϕ_{max} :

$$\cos \phi_{max} = \frac{1}{\sqrt{1 + (C \cdot \frac{v_{trans} - v}{v - v_{inter}})^2}} \qquad (4.10)$$

Es können nun drei Festigkeitsbereiche abhängig von der Geschwindigkeit festgelegt werden. Zum einen nach Gleichung (4.3) oberhalb und unterhalb der Grenzgeschwindigkeiten:

für $v \leq v_{inter}$ $\qquad \sigma(v) = \sigma_G(v)$ $\qquad (4.11)$

für $v \geq v_{trans}$ $\qquad \sigma(v) = \sigma_S(v)$ $\qquad (4.12)$

Zum anderen gilt für den Zwischenbereich $v_{inter} < v < v_{trans}$ nach Gleichung (4.1) :

$$\sigma(v) = F_G(v) \cdot \sigma_G(v) + (1 - F_G(v)) \cdot \sigma_S(v) \qquad (4.13)$$

Mit Hilfe von Gleichung (4.8) und (4.10) folgt daraus:

$$\sigma(v) = \left(1 - \frac{1}{\sqrt{1+(C \cdot \frac{v_{trans}-v}{v-v_{inter}})^2}}\right) \cdot \sigma_G(v) + \frac{1}{\sqrt{1+(C \cdot \frac{v_{trans}-v}{v-v_{inter}})^2}} \cdot \sigma_S(v) \qquad (4.14)$$

Ähnlich ist die Situation für die Bruchzähigkeit, da diese in Proportionalität zur Streckgrenze steht, die wiederum auf Grund des spröden Bruchverhaltens gleich der Bruchspannung ist. Es gelten also entsprechend die Gleichungen (4.11) bis (4.14).

Zusätzlich kommt bei der Analyse der Bruchzähigkeit noch ein additiver Einfluß des Spannungszustandes hinzu. Bild 40a zeigt, daß bei 3 mm Probendicke die Konstanz der Bruchzähigkeit aus der Überlagerung mit der Bruchzähigkeitsänderung infolge des Spannungszustandes resultiert. Durch Steigerung der Verformungsgeschwindigkeit wird , wie schon beim feinsphärolithischen Gefüge, zunehmend ein ebener Dehnungszustand erreicht. Damit nimmt die Bruchzähigkeit ab und kompensiert den Anstieg infolge der Änderung des Rißausbreitungsmechanismus.

Bei 17 mm Probendicke (Bild 40b) liegt über den gesamten Geschwindigkeitsbereich bereits ein ebener Dehnungszustand vor, und die Bruchzähigkeit ändert sich nur bedingt durch die veränderte Rißausbreitung.

4.1.3 Vergleich der Gefügetypen

Ein abschließender Vergleich der Ergebnisse aus den bruchmechanischen Messungen für fein- und grobsphärolithisches PP zeigt (Bild 42), daß die Grenzwerte der Bruchzähigkeit bei hohen Geschwindigkeiten für beide Morphologien in einem gemeinsamen Wert zusammenlaufen. Dies ist begründet in dem mikroskopischen Aufbau der Gefüge. Beide haben unabhängig von der Größe der übergeordneten Sphärolithstruktur jeweils die gleichen Mikrobausteine in den Sphärolithen, nämlich Kristallamellen, die bei hohen Geschwindigkeiten in beiden Fällen vom Riß durchlaufen werden.

Grundlegende Unterschiede bestehen nur bei niedrigen Geschwindigkeiten, da hier die starken Inhomogenitäten des

grobsphärolithischen Gefüges gegenüber der quasihomogenen feinsphärolithischen Struktur deutlich andere Verformungs- und Rißausbreitungsmechanismen bewirken.

4.2 Ermüdungsrißausbreitung teilkristalliner Polymere

4.2.1 Einfluß der molekularen Struktur

Entsprechend ihrer unterschiedlichen Ermüdungsrißausbreitung lassen sich die untersuchten Polymere in zwei Gruppen einteilen. Einmal die beiden PE-Typen, HMWPE und LMWPE, sowie PA6, die alle nur das normale, beschleunigte Rißwachstum zeigen, und zum anderen PP, PTFE und PB, die in bestimmten Bereichen verzögertes Wachstum aufweisen.

Das Verhalten der ersten Gruppe deckt sich mit den aus der Literatur[63,65,74)] bekannten Ergebnissen, wo grundsätzlich auf die Gültigkeit der Paris-Beziehung hingewiesen wird, die sich nur für das beschleunigte Rißwachstum anwenden läßt. Besonders auffallend ist lediglich der große Unterschied zwischen den beiden PE-Typen mit verschiedenem Molekulargewicht, der auch von Charentenay und anderen[74)] festgestellt wurde. Durch ein höheres Molekulargewicht beim HMWPE kommt es zu einer sehr viel stärkeren Ausrichtung der Moleküle und damit zu einem größeren Widerstand gegen Rißausbreitung. Demgegenüber gleiten die kürzeren Ketten des niedermolekularen LMWPE weitaus eher aneinander ab und leiten so früheres Versagen ein. Eine Bestätigung dafür liefert auch das Spannungs-Dehnungs-Diagramm (Bild 10a), wo nach relativ geringer Ausrichtung das Abgleiten der Molekülketten zu einem Abfall

der Spannung führt. In direkter Verbindung damit steht die Lochbildung vor der Rißspitze (Bild 26), die ebenfalls aus dem Abgleiten der Ketten resultiert.

Bei der zweiten Gruppe ist das anomale verzögerte Rißwachstum des Bereiches II von besonderem Interesse. Hier geht die Rißausbreitungsgeschwindigkeit da/dN mit zunehmender Lastwechselzahl gegen Null. Bei Betrachtung der schematischen Darstellung des Rißausbreitungsverhaltens von PP, PTFE und PB mit den einzelnen Bereichen unterschiedlichen Verhaltens lassen sich die Bereiche II und III durch eine Hüllkurve überschreiben (Bild 42). Diese Hüllkurve zeigt einen Verlauf, der dem der anderen Gruppe untersuchter Polymere ähnlich ist.

Dies bedeutet, daß die Vorgänge im ersten Lastwechsel bei allen Polymeren etwa gleich sind. Ausgehend vom Anriß läuft der Riß zunächst in unverformtes Material hinein. Dabei beginnt vor der Rißspitze die Ausbildung der Verformungszone, die die plastische Zone kennzeichnet. Den Eigenschaften dieser Verformungszone kommt nun bei der weiteren Ausbreitung der Ermüdungsrisse eine besondere Bedeutung zu.

In beiden Gruppen bewirkt die Rißverlängerung während des ersten Lastwechsels eine Erhöhung der Spannungsintensität. Gemäß der Paris-Beziehung (Gleichung 1.9) muß auf Grund der direkten Proportionalität von Spannungsintensität ΔK und Rißgeschwindigkeit da/dN im nächsten Lastwechsel ein stärkeres Rißwachstum einsetzen. Dies geschieht jedoch nur für die PE-Typen und für PA6. Bei den anderen untersuchten Werkstoffen wird die Erhöhung von ΔK durch bestimmte Eigenschaften der Verformungszone überkompensiert.

Für die weitere Klärung des anomalen Verhaltens erscheint

die Anwendung der Gleichung 1.7

$$\Delta G = \sigma_s \cdot \delta \qquad (4.15)$$

entsprechend dem COD-Konzept sinnvoll. Diese Beziehung kann für unterkritische Rißöffnungen bei der Ausbreitung von Ermüdungsrissen für einen Zyklus angesetzt werden.

Da die plastische Verformung für den Rißfortschritt bei Ermüdungsbeanspruchung verantwortlich ist, kann weiterhin davon ausgegangen werden, daß $\delta/2$ etwa einen Rißfortschritt Δa hervorruft. Zusätzlich ist anzunehmen, daß die Rißöffnung δ, ähnlich wie die Längenänderung ε im Zugversuch, einen reversiblen Verformungsanteil δ_{rev} enthält. Damit folgt für den ersten Lastwechsel die Beziehung

$$\Delta G_1 / \sigma_s = (\delta - \delta_{rev})_1 = 2 \cdot \Delta a_1 \qquad (4.16)$$

Durch diesen Rißfortschritt Δa_1 erhöht sich ΔG für den zweiten Lastwechsel auf

$$\Delta G_2 = \Delta \sigma_a^2 \cdot \pi \cdot (a_o + \Delta a_1) \qquad (4.17)$$

dabei ist $\Delta \sigma_a$ die Schwingbreite der äußeren Spannung und a_o die Anfangsrißlänge.

Gleichzeitig bewirkt die Verfestigung im Rißgrund ein Anwachsen der Streckgrenze um $\Delta \sigma_s$. Somit folgt für den zweiten Lastwechsel

$$\Delta G_2 / (\sigma_s + \Delta \sigma_s) = (\delta - \delta_{rev})_2 = 2 \cdot \Delta a_2 \qquad (4.18)$$

Für normales Rißwachstum gilt dann $\Delta a_1 < \Delta a_2$, während $\Delta a_1 > \Delta a_2$ für verzögerte Rißausbreitung kennzeichnend ist. Da die plastische Verformung bzw. Rißöffnung $(\delta - \delta_{rev})$ für den Rißfortschritt verantwortlich ist, kann man für diese Beziehungen auch $(\delta - \delta_{rev})_1 < (\delta - \delta_{rev})_2$ bzw. $(\delta - \delta_{rev})_1 > (\delta - \delta_{rev})_2$ ansetzen. Diese lassen sich durch einige mathematische Operationen in eine andere Form umwandeln:

$$(\delta - \delta_{rev})_1 \lessgtr (\delta - \delta_{rev})_2 \qquad (4.19a)$$

$$\delta_1 - \delta_{rev1} \lessgtr \delta_2 - \delta_{rev2} \qquad (4.19b)$$

$$\delta_{rev2} - \delta_{rev1} \lessgtr \delta_2 - \delta_1 \qquad (4.19c)$$

$$d\delta_{rev} \lessgtr d\delta \qquad (4.19d)$$

$$\frac{d\delta_{rev}}{d\delta} \lessgtr 1 \qquad (4.19e)$$

$$\frac{d^2\delta_{rev}}{d\delta^2} \lessgtr 0 \qquad (4.19f)$$

Damit ergibt sich ein direkter Zusammenhang mit den Ergebnissen der Zugversuche in Bezug auf den reversiblen Verformungsanteil. Ist nur ein geringfügiger Anstieg der reversiblen Dehnungskomponente gegeben, also $d^2\varepsilon_{rev} / d\varepsilon^2 < 0$, erhält man normales beschleunigtes Rißwachstum. Wenn demgegenüber ein signifikanter Anstieg des reversiblen Verformungsanteils gegeben ist, also $d^2\varepsilon_{rev} / d\varepsilon^2 > 0$, dann tritt anomales verzögertes Wachstum auf.

Beim Vergleich dieser hohen Reversibilität der Dehnung und entsprechend der Anomalie der Ermüdungsrißausbreitung mit der molekularen Struktur (Tabelle 2) zeigt sich, daß dieses besondere Verhalten nur bei Polymeren mit Helixkonformation auftritt.

Es liegt nun nahe der Helixstruktur die besondere Reversibilität der Verformung zuzuschreiben, indem die Helix mit einer Schraubenfeder verglichen wird. Im Gegensatz zur Zick-Zack-Kette, wo nach der Ausrichtung parallel zur angelegten Spannung eine geringere weitere reversible Verformung lediglich durch das Aufweiten der Bindungswinkel mög-

lich ist, kann bei der Helixkonformation eine zusätzliche reversible Deformation durch Übergang der Helix in eine Zick-Zack-Kette erreicht werden. Die grundsätzliche Möglichkeit des Vorhandenseins einer Zick-Zack-Konformation bei einem normalerweise helixförmigen Molekül zeigt die Hochdruckphase des PTFE[96,97].

Bild 43 zeigt schematisch die grundsätzlich unterschiedlichen Verhaltensweisen der beiden Kettenkonformationen nach der Ausrichtung. Bei einer Zick-Zack-Konformation wird durch weitere Zugbeanspruchung ein Abgleiten der Molekülketten verursacht, was als irreversible plastische Verformung bestehen bleibt.

Bevor dagegen bei der Helixkonformation ein Abgleiten eintritt, findet zunächst die Umwandlung der Helix in eine Zick-Zack-Kette statt. Diese Umwandlung ist reversibel und begründet die besonders hohe Reversibilität der makroskopischen Verformung ε.

Bestätigt wird dieses Modell der Helixumwandlung durch die Röntgenbeugungsmessungen. Beim HMWPE bringt eine weitere Verformung der ausgerichteten Zick-Zack-Molekülstruktur keine Änderung des Beugungsbildes. Durch das Abgleiten der Molekülketten aneinander wird die Länge der Einheitszelle nicht verändert und somit bleiben die Beugungspunkte in ihrer alten Lage.

Beim helixförmigen PP dagegen bringt eine weitere Verformung eine reversible Verengung der Beugungspunkte in Zugrichtung mit sich. Durch die Umwandlung der Helix in eine Zick-Zack-Kette wird die Länge der Einheitszelle vergrößert. Dies führt entsprechend der Gleichung

$$d \cdot \sin \vartheta = \lambda \qquad (4.20)$$

zu einer Aufweitung des Netzebenenabstandes d und somit zu einer Verkleinerung des Beugungswinkels ϑ, da mit konstanter Wellenlänge λ gearbeitet wird. Wie in Bild 44 dargestellt, muß sich dann entsprechend der Abstand R der Beugungspunkte gegenüber dem Primärstrahl verkleinern. Da mit dem Wechsel der molekularen Konformation nur eine vernachlässigbar kleine Veränderung des Moleküldurchmessers verbunden ist, tritt keine meßbare Änderung des Beugungspunktabstandes in Querrichtung auf.
Wegen der Reversibilität der Umwandlung geht das Beugungsbild nach Entlastung in seine alte Form zurück.

Dieser besondere Effekt bei der dynamischen Verformung von Polymeren mit Helixkonformation ist in gewisser Weise vergleichbar mit der spannungsinduzierten martensitischen Umwandlung vor der Rißspitze von austenitischen Legierungen[99], wo es ebenfalls zu einer Verzögerung des Rißwachstums kommen kann.

Die bereits erwähnte Verwendung von PP für spritzgegossene Filmscharniere zeigt eine technische Anwendungsmöglichkeit des außergewöhnlichen Ermüdungsverhaltens. Die hohe Lebensdauer dieser Scharniere ist darauf zurückzuführen, daß durch den Spritzgießvorgang in diesem Bereich bereits eine ausgerichtete Molekülstruktur vorliegt und somit der besondere Widerstand gegen die Ausbreitung von Ermüdungsrissen voll zum Tragen kommt.

Für eine weitere Anwendung bei dynamisch beanspruchten polymeren Bauteilen ist die Verwendung von bereits ausgerichteten Helixstrukturen sinnvoll, da die Ausrichtung der Molekülketten, die der Umwandlung vorausgehen muß, mit starken, meist unerwünschten plastischen Verformungen verbunden ist.

Der besondere Widerstand gegen die Ausbreitung von Rissen unter dynamischer Zugbeanspruchung ist jedoch nur ein Teilaspekt des Ermüdungsverhaltens von Polymeren mit Helixstruktur.

Für eine umfassende Klärung des Gesamtkomplexes der Ermüdungsbeanspruchung bedarf es weiterer Untersuchungen. Zum einen müssen die Schädigungsmechanismen, die zur Bildung von Mikrorissen führen, näher analysiert werden, und es muß eine eindeutige Trennung zwischen vorausgehender plastischer Verformung und eigentlicher Rißentstehung erfolgen. Zum anderen ist eine genaue Darstellung des Verhaltens bei dynamischer Zug-Druck-Beanspruchung notwendig, da hier eine Kombination verschiedener Verformungsmechanismen auftritt und speziell die unter Druckspannungen auftretenden Scherbänder die außergewöhnlichen, unter Zugspannungen auftretenden Eigenschaften überkompensieren könnten. Zusätzlich muß schließlich noch der Temperatureinfluß berücksichtigt werden.

4.2.2 Einfluß von Probendicke und Morphologie

Bei der Betrachtung des Dickeneinflusses auf die Ermüdungsrißausbreitung läßt sich unabhängig vom in bestimmten Bereichen besonderen Verhalten des PP unter gewissen Voraussetzungen eine parallele Deutung der Eigenschaften von HMWPE und PP durchführen. Dazu muß wieder die in Bild 42 beschriebene Hüllkurvenkonstruktion für die Bereiche II und III des PP eingesetzt werden. Damit kann das bereits erläuterte Phänomen der Rißverzögerung vernachlässigt werden. Die in Bereich II jeweils für den ersten Lastwechsel gültigen Hüllkurven des PP sind für die einzelnen Probendicken in Bild 45 dargestellt. Für HMWPE (Bild 34) und PP ergeben

sich nun prinzipiell die gleichen Kurvenverläufe.

Die Merkmale des Dickeneinflusses -- die mit größerer Dicke anfänglich geringere Rißausbreitungsgeschwindigkeit da/dN sowie die eher auftretende Instabilität -- lassen sich durch die Änderung des Spannungszustandes erklären. Infolge des zunehmenden Anteils an ebener Dehnung nimmt die für das Rißwachstum verantwortliche plastische Verformung im Rißgrund ab. Daraus resultiert gemäß Gleichung 1.6 die geringere Rißgeschwindigkeit.
Gleichzeitig wird die Bruchzähigkeit kleiner und es kommt früher zum instabilen Wachstum der Risse.

Zusätzlich zeigt ein Vergleich am Beispiel des PP zwischen den Kennwerten im Ermüdungsversuch und im statischen Bruchmechanik-Versuch mit $v = 10^{-4}$ m/s eine gute Übereinstimmung der Bruchzähigkeiten K_c und ΔK_c (Bild 46). Gleichzeitig stimmt die Startintensität ΔK_c mit dem in den Schnellzerreißversuchen ermittelten K_{Ic}-Wert überein. Damit ist also stabile Rißausbreitung nur möglich, wenn der ebene Dehnungszustand noch nicht erreicht ist und hinreichend plastische Verformung möglich ist.

Bei der Betrachtung des Morphologieeinflusses ist, wie bereits die dargestellten Ergebnisse zeigen, keine eindeutige Erklärung des Rißausbreitungsverhaltens möglich. Das Verhalten muß abhängig von der Lage der groben Sphärolithe zum Riß betrachtet werden.

Ein Rißverlauf lediglich entlang der Sphärolithgrenzen zeigt das normale beschleunigte Rißwachstum bedingt durch die hohe Fließfähigkeit der niedermolekular aufgebauten Grenzflächensubstanz. Bei einer Umlenkung der Risse in den Sphärolithen hinein bewirken demgegenüber die gleichen Me-

chanismen wie beim feinsphärolithischen PP die Absenkung der Rißgeschwindigkeit. Tritt am Ende instabiles Rißwachstum auf, so sind auf Grund der hohen Rißgeschwindigkeit die gleichen Voraussetzungen gegeben wie beim Schnellzerreißversuch und es kommt zum transsphärolithischen Versagen.

5. Zusammenfassung

Die zunehmende Verwendung von thermoplastischen Polymeren für mechanisch beanspruchte Konstruktionselemente erfordert eine weitgehende Klärung des Bruchverhaltens. Da über amorphe Thermoplaste bereits weitreichende Erkenntnisse vorhanden sind, wird im Rahmen dieser Arbeit die Rißausbreitung in einigen ausgewählten teilkristallinen Polymeren untersucht.

Am Beispiel des Polypropylen wird zunächst der Einfluß von Verformungsgeschwindigkeit und Morphologie auf das Bruchverhalten und die bruchmechanischen Kennwerte bei statischer Belastung betrachtet. Dabei stellt sich für das feinsphärolithische Polypropylen eine deutliche Versprödung mit steigender Geschwindigkeit heraus. Diese Versprödung führt einen ebenen Dehnungszustand herbei auch bei kleineren Probendicken und ermöglicht so die Ermittlung eines K_{Ic}-Wertes.

Das auf Grund seiner Gefügestruktur -- schwache Sphärolithgrenzen und feste Sphärolithe -- stark inhomogen verformende grobsphärolithische Polypropylen bricht demgegenüber bereits bei niedrigen Geschwindigkeiten makroskopisch spröde. Hier bewirkt eine Variation der Geschwindigkeit eine deutliche qualitative Veränderung des Rißausbreitungsmechanismus. Der Rißverlauf geht von intersphärolithischen zunehmend auf transsphärolithische Pfade über. Dieser Wechsel im Bruchverhalten kann mit Hilfe des Konzeptes der partiellen Eigenschaften erläutert werden.

Weiterhin besteht eine Wechselwirkung mit der Änderung des Spannungszustandes. Der Einfluß des Spannungszustandes kann durch das veränderte Bruchverhalten kompensiert werden.

Die Untersuchungen zur Ausbreitung von Rissen unter dynamischer Zugbelastung befassen sich mit zwei Gruppen von Polymeren. Einmal werden Polyäthylen und Polyamid-6 als Vergleichswerkstoffe untersucht, für die aus der Literatur bereits ein normales Rißwachstum bekannt ist. Zum anderen wird spezielles Augenmerk auf Polypropylen und Polytetrafluoräthylen gelegt. Diese werden in bereits vorhandenen Arbeiten als besonders widerstandsfähig gegen das Wachstum von Ermüdungsrissen bezeichnet, ohne daß jedoch dafür eine Erklärung gegeben wird.

Die durchgeführten Versuche ergeben für beide Gruppen von Polymeren einen deutlichen Unterschied. Dem normalen Verhalten von Polyäthylen und Polyamid-6 steht eine Anomalie bei Polypropylen, Polytetrafluoräthylen sowie dem ebenfalls untersuchten Polybuten gegenüber. In einem weiten Spannungsintensitätsbereich kommt es zu einer deutlichen Verzögerung des Rißwachstums. Dabei wird die Geschwindigkeit eines laufenden Risses zunehmend reduziert und es kann schließlich zum Rißstillstand kommen.

Dieses Phänomen resultiert aus einer besonders großen Reversibilität der Verformung, die im Zugversuch festgestellt wird und auf den Rißgrund übertragen werden kann. Nach der molekularen Ausrichtung kann durch die einer Schraubenfeder ähnliche Helix-Konformation der drei Polymere mit anomalem Verhalten eine weitaus höhere reversible Verformung aufgenommen werden als bei der Zick-Zack-Struktur von Polyäthylen und Polyamid.

Weitere ergänzende Messungen stellen den Dickeneinfluß auf die Ermüdungsrißausbreitung dar. Bedingt durch den Übergang zum ebenen Dehnungszustand mit wachsender Probendicke wird bei niedrigeren Geschwindigkeiten da/dN für kleine ΔK das instabile Versagen bei geringeren ΔK_c-Werten erreicht.

6. Literatur

1. H.TEITGE: Kunststoffe 70 (1980), 299.
2. E.HORNBOGEN: Umschau 76 (1976), 645.
3. G.SCHREYER: Konstruieren mit Kunststoffen, Carl Hanser Verlag, Darmstadt, 1972
4. H.HALBLITZEL, K.D.JOHNKE: VDI-Nachrichten, Nr. 42, 1980.
5. J.TIETZ: ingenieur digest 15 (1976), 37.
6. K.RADERMACHER: Kunststoffe 70 (1980), 443.
7. O.E.WIELAND: VDI-Nachrichten, Nr. 42, 1979.
8. K.D.JOHNKE: VDI-Nachrichten, Nr.12, 1980.
9. N.N.: Proc. VANITEC Seminar, Berlin, October 1980.
10. N.N.: Kunststoffe 70 (1980), 448.
11. G.HEUFER: Maschinenmarkt 84 (1978), 1533.
12. ICI PLASTICS DIVISION: Propathene, Technical Service Note PP 122-b
13. H.H.KAUSCH: Kunststoffe 66 (1976), 538.
14. E.HORNBOGEN: Proc. Engineering Plastics, Essen, 1980.
15. J.R.WHITE, J.W.TEH: Polymer 20 (1979), 764.
16. R.P.KAMBOUR: Pol. Eng. Sci. 8 (1968), 281.
17. H.H.KAUSCH: Material und Technik 8 (1979), 111.
18. R.P.KAMBOUR: Macromolecular Reviews 7 (1973), 1.
19. H.H.KAUSCH: 4th Int. Conf. on Def., Yield and Fract., Cambridge, 1979.
20. H.G.OLF, A.PETERLIN: J. Pol. Sci. (Pol. Phys.) 12 (1974), 2209.
21. H.G.OLF, A.PETERLIN: J. Pol. Sci. (Pol. Symp.) 50 (1975), 243.
22. H.G.OLF, A.PETERLIN: Macromolecules 6 (1973), 470.
23. H.HUBENY, H.DRAGAUN: Mat. Sci. Eng. 24 (1976), 293.
24. K.FRIEDRICH, I.WITTKAMF, W.ADLER: BEDO 12/1 (1979), 117.
25. W.WHITNEY: J. Appl. Phys. 34 (1963), 3633.
26. J.B.C.WU, J.C.M.LI: J. Mat. Sci. 11 (1976), 445.

27. K.FRIEDRICH, K.SCHÄFER: Progr. Coll. & Pol. Sci. 66 (1979), 329.
28. K.FRIEDRICH: J. Mat. Sci. 15 (1980), 258.
29. K.FRIEDRICH: Proc. 5th Int. Conf. on Fract., Cannes, 1981.
30. E.H.ANDREWS, B.J.WALKER: Proc. Roy. Soc. London A325 (1971), 57.
31. K.FRIEDRICH: Progr. Coll. & Pol. Sci. 66 (1979), 299.
32. J.M.SCOTT, D.C.PHILLIPS: AERE-R7798, 1974.
33. U.A.KARSCH: Diplomarbeit, Inst, f. Werkst., RUB, 1981.
34. E.J.KRAMER: Developments in Polymer Fracture-1, ed. by E.H.Andrews, Appl. Sci. Publ. Ltd., London, 1979, 55.
35. S.RABINOWITZ, P.BEARDMORE: CRC crit. Rev. in Macromol. Sci. 1 (1972), 1.
36. R.P.KAMBOUR: Mechanisms of Environment-Sensitive Cracking of Materials, ed. by P.R.Swan, F.P.Ford and A.R.C. Westwood, Metals Society, London, 1977, 213.
37. H.A.STUART: Dechema Monographien 39 (1961), 99.
38. G.R.IRWIN: Handbuch d. Physik, ed. by S.Flügge, Springer Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg, 1958, 551.
39. P.C.PARIS, G.C.SIH: ASTM STP 381 (1965), 30.
40. J.G.BLAUEL, J.F.KALTHOFF, E.SOMMER: Materialprüfung 12 (1970), 69.
41. F.KERKHOF: Coll. & Pol. Sci. 251 (1973), 545.
42. K.WIEGHARDT: Z. Math. u. Phys. 55 (1907), 60.
43. A.A.GRIFFITH: Phil. Trans. Roy. Soc. London A221 (1920), 163.
44. I.N.SNEDDON: Proc. Roy. Soc. London A187 (1946), 229.
45. G.R.IRWIN: Trans. ASME E24 (1957), 361.
46. H.RUMPF: Materialprüfung 3 (1961), 253.
47. F.KERKHOF: Kunststoffe Bd.1, ed. by Nitzsche/Wolf, Springer Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg, 1962, 440.
48. G.R.IRWIN: Fracture Dynamics, ASM Seminar Fracturing of Metals, Chicago, 1947.

49. R.W.HERTZBERG: Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, J.Wiley & Sons, New York, 1976.
50. B.A.BILBY, K.H.SWINDEN: Proc. Roy. Soc. London 285 (1965), 22.
51. G.T.HAHN, A.R.ROSENFIELD: Acta Met. 13 (1965), 293.
52. F.A.McCLINTOCK, G.R.IRWIN: ASTM STP 381 (1965), 84.
53. D.S.DUGDALE: J. Mech. Phys. Sol. 8 (1960), 100.
54. A.A.WELLS: Brit. Weld. J. 13 (1965), 2.
55. A.A.WELLS: Brit. Weld. J. 15 (1968), 221.
56. D.C.DRUCKER, J.R.RICE: Eng. Fract. Mech. 1 (1970), 577.
57. B.J.BUCCI, P.C.PARIS, J.D.LANDES, J.R.RICE: ASTM STP 514 (1972), 40.
58. H.RIEDEL: Mat. Sci. Eng. 28 (1980), 349.
59. K.C.TO: Int. J. Fract. 11 (1975), 641.
60. H.R.BROWN, I.M.WARD: Polymer 14 (1973), 468.
61. G.P.MARSHALL, L.E.CULVER, J.G.WILLIAMS: Int. J. Fract. 9 (1973), 295.
62. W.DÖLL: ICF 3, 1973, Bd. VII, 515.
63. J.C.RADON: Coll. & Pol. Sci. 252 (1974), 117.
64. G.P.MARSHALL, L.H.COUTTS, J.G.WILLIAMS: J. Mat. Sci. 9 (1974), 1409.
65. E.J.KRAMER: J. Mat. Sci. 13 (1978), 1381.
66. J.M.HODGKINSON, J.G.WILLIAMS: J. Mat. Sci. 16 (1981), 50.
67. Y.W.MAI, J.G.WILLIAMS: J. Mat. Sci. 12 (1977), 1376.
68. K.FRIEDRICH: Kunststoffe 69 (1979), 796.
69. P.C.PARIS: Proc. 10th Sagamore Conf., Syracuse University Press, Syracuse N.Y., 1964, 107.
70. J.R.MANSON, R.W.HERTZBERG: CRC Crit. Rev. Macromol. Sci. 1 (1973), 433.
71. R.W.HERTZBERG, J.R.MANSON, W.C.WU: ASTM STP 530 (1973), 391.
72. J.M.SCHULTZ: Treatise on Mat. Sci. and Technol., vol. 10 Part B, Academic Press, New York, 1977, 599.
73. E.FODEN, D.R.MORROW, J.A.SAUER: J. Appl. Pol. Sci. 16 (1972), 519.

74. R.W.HERTZBERG, J.R.MANSON: Plastics World, May 1977, 50.
75. J.C.RADON, L.E.CULVER: Pol. Eng. & Sci. 15 (1975), 500.
76. R.W.HERTZBERG, J.A.MANSON, M.D.SKIBO: Pol. Eng. & Sci. 15 (1975), 252.
77. R.J.CRAWFORD, P.P.BENHAM: J. Mat.Sci. 9 (1974), 18.
78. G.MENGES, E.ALF: J. Elast. & Plast. 7 (1975), 47.
79. R.W.HERTZBERG: Closed Loop. Summer 1973, 12.
80. S.ARAD, J.C.RADON, L.E.CULVER: Eng. Fract. Mech. 4 (1972), 511.
81. F.X.de CHARENTENAY, F.LAGHOUATI, J.DEWAS: 4th Int. Conf. Def., Yield and Fract., Cambridge 1979.
82. G.GOLDBACH: Kunststoffe 64 (1974), 475.
83. T.CASIRAGHI: Pol. Eng. & Sci. 18 (1978), 833.
84. P.H.OTTO, K.HECKEL: Z. Werkstofftechn. 10 (1979), 149.
85. S.M.OHLBERG, J.ROTH, R.A.V.RAFF: J. Appl. Pol. Sci. 1 (1959), 114.
86. J.L.WAY, J.R.ATKINSON: J. Mat. Sci. 7 (1972), 1345.
87. E.HORNBOGEN, I.WITTKAMP: Sonderband Prakt. Metllograph. 11 (1980), 341.
88. K.FRIEDRICH: Dissertation, Inst. f. Werkst., RUB, 1978.
89. I.WITTKAMP, K.FRIEDRICH: Prakt. Metallograph. 15 (1978), 321.
90. H.BLUMENAUER, G.PUSCH: Bruchmechanik, VEB Verlag Leipzig, 1973.
91. E.ALF: Dissertation, RWTH Aachen, 1972.
92. P.STRATMANN, E.HORNBOGEN: Stahl und Eisen 99 (1979), 643.
93. E.HORNBOGEN, K.FRIEDRICH: Radex Rdschau H1/2 (1980), 98.
94. E.HORNBOGEN, K.FRIEDRICH: J. Mat. Sci. 15 (1980), 2175.
95. J.BECKER, E.HORNBOGEN, F.WENDL: Z. f. Metallkde. 72 (1981),89.
96. R.G.BROWN: J. Chem. Phys. 40 (1964), 2900.
97. H.D.FLACK: J. Pol. Sci. Part A-2 10 (1972), 1799.
98. H.P.STÜWE, G.VIBRANS: Feinstrukturuntersuchungen in der Werkstoffkunde, B.I. Verlag, Mannheim, 1974.
99. E.HORNBOGEN: Acta Met. 26 (1978), 147.

Polymer		LMWPE	HMWPE	PA6	PP	PTFE	PB
Handelsname		LUPOLEN 6011L	LUPOLEN 5261Z	ULTRAMID B4	NOVOLEN 1120LX	HOSTAFLON TF	VESTOLEN BT8000
Struktur der Monomereinheit							
Kettenstruktur		zick-zack			helix		
Dichte	g/cm^3	0,960	0,950	1,150	0,910	2,150	0,914
T_m	^oC	130	135	220	160	330	130
E	MPa	$1 \cdot 10^3$	$1,1 \cdot 10^3$	$1,3 \cdot 10^3$	$1,3 \cdot 10^3$	$0,8 \cdot 10^3$	$0,6 \cdot 10^3$
σ_s	MPa	28	27	60	32	11	20
σ_B	MPa	16	33	70	35	27	30
ϵ_B	%	500	1200	270	1040	660	310

Tabelle 1: Eigenschaften der verwendeten Polymere im Normalzustand

(▭ Herstellerangabe, ▭ eigene Messung mit $\dot{\epsilon}=3,6 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$)

Polymer	$d^2\varepsilon_{rev}/d\varepsilon^2$	Ermüdungs-verhalten	molekulare Konformation
PE	< 0	normal	zick-zack
PA	< 0	normal	zick-zack
PP	> 0	anomal	helix
PTFE	> 0	anomal	helix
PB	> 0	anomal	helix

Tabelle 2: Reversibilität der Dehnung, Ermüdungsverhalten und molekulare Konformation der untersuchten Polymere

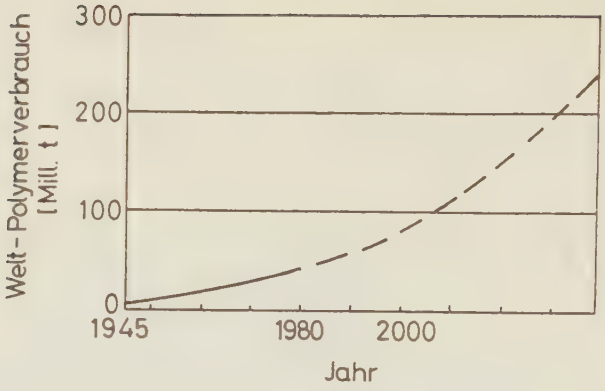


Bild 1: Entwicklung des Welt-Polymerverbrauchs [1,2]

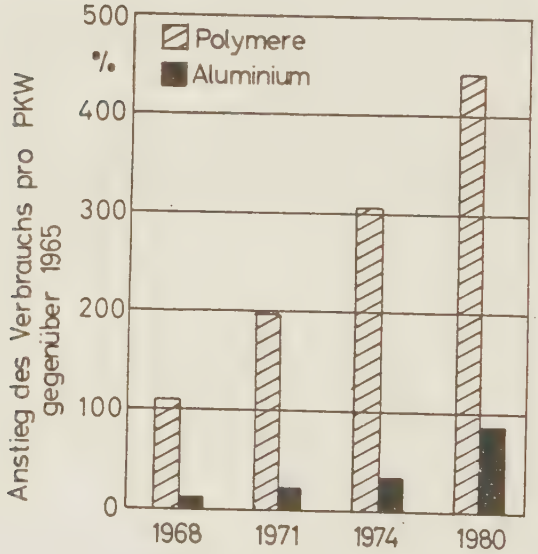


Bild 2: Vergleich der Verbrauchsentwicklung von Polymeren und Aluminium bei der PKW-Herstellung gegenüber 1965 [9]

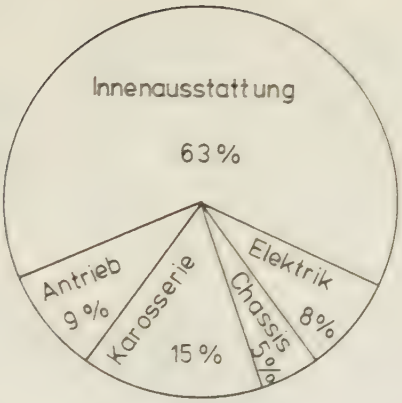


Bild 3: Einsatzgebiete für Polymere in der Automobilindustrie [6)]

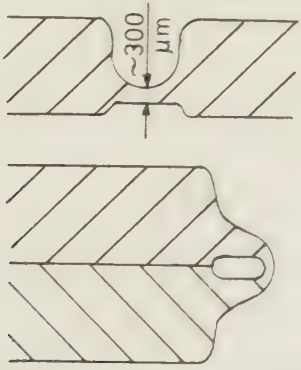


Bild 4: Filmscharnier zwischen Unterteil und Deckel eines Kastens [12)]

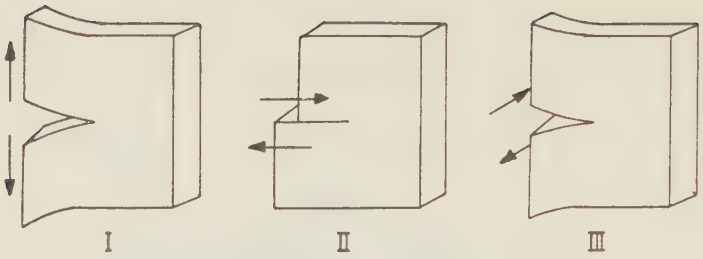


Bild 5: Charakteristische Beanspruchungsarten der Bruchmechanik; I: einfache Rißöffnung, II: Längsscherung, III: Querscherung

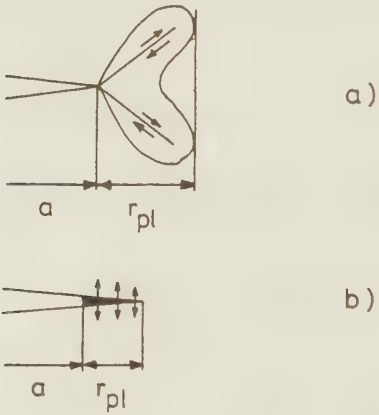


Bild 6: Beschreibung der plastischen Zone nach

a) Bilby, Swinden [50]

b) Dugdale [53]

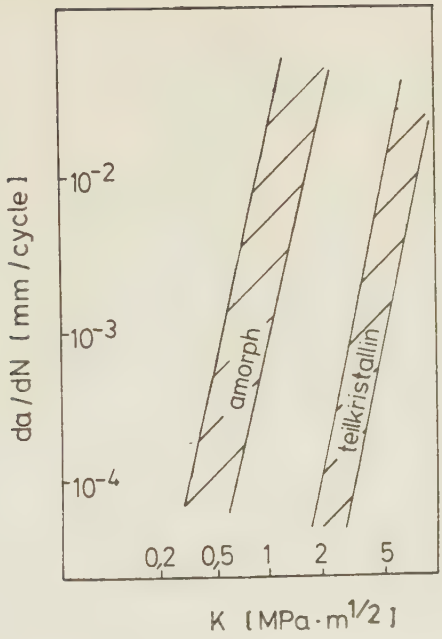


Bild 7: Grundlegender Unterschied in der Ermüdungsrißausbreitung von amorphen und teilkristallinen Polymeren [79]

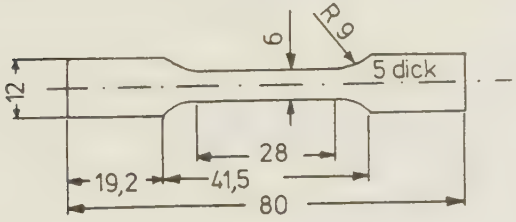


Bild 8: Form und Abmessungen der verwendeten Zugproben (in mm)

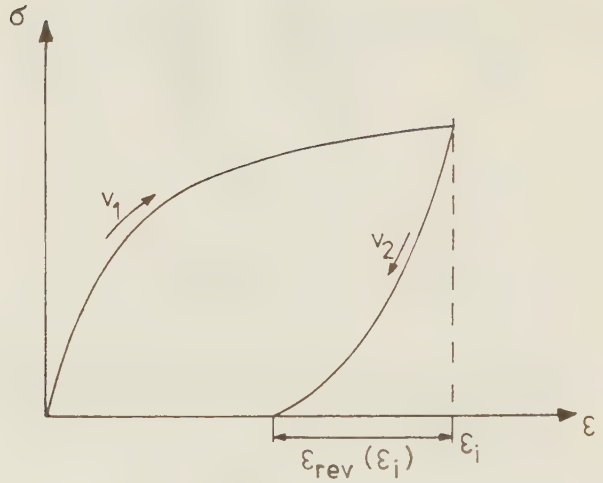


Bild 9: Bestimmung des reversiblen Verformungsanteils ε_{rev} in Abhängigkeit von der Gesamtverformung ε_i im Zugversuch; $v_1 = v_2 = 10^{-4}$ m/s $\hat{=}$ $\dot{\varepsilon} = 3{,}6 \cdot 10^{-3}$ s^{-1} (schematisch)

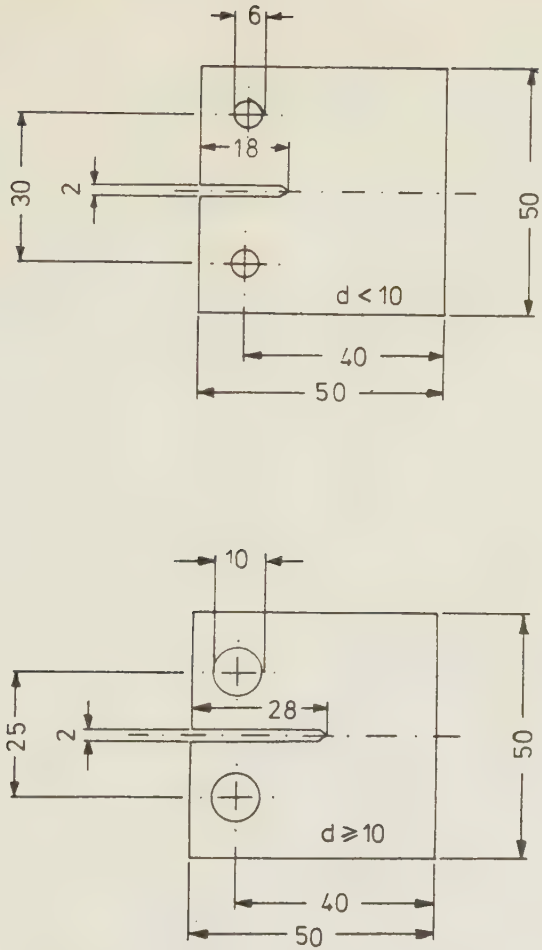


Bild 10: Abmessungen der gewählten CT-Proben (in mm)

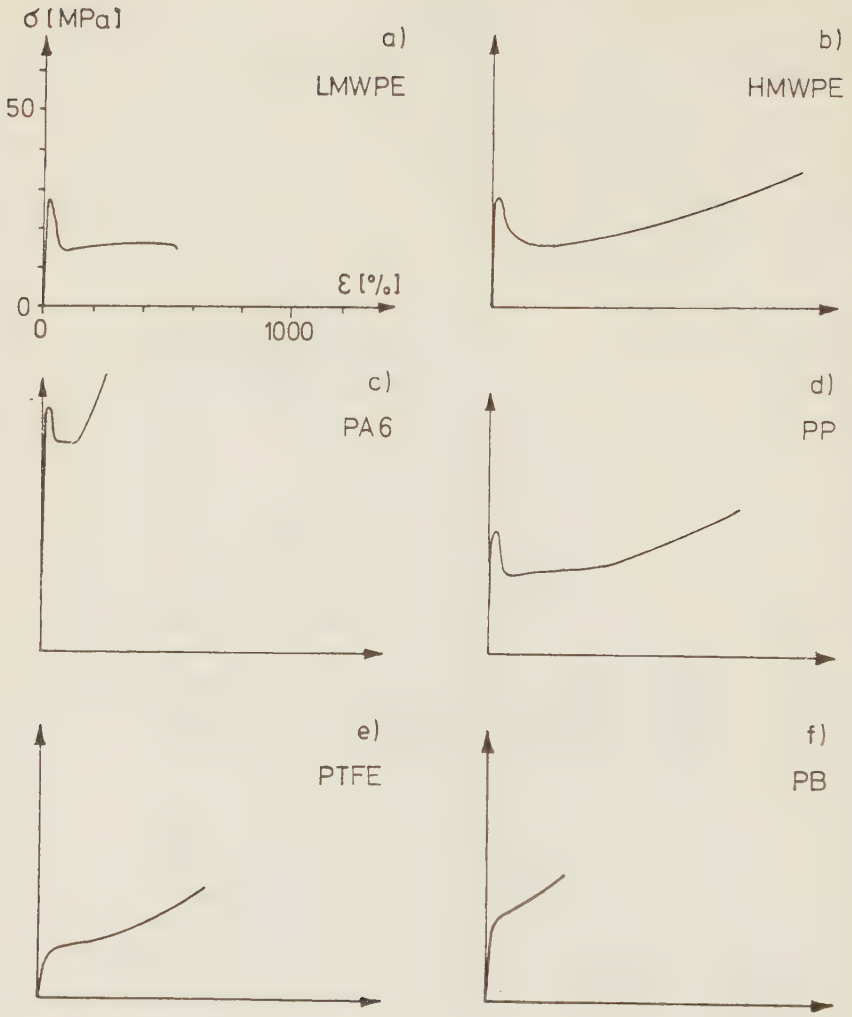


Bild 11: Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Polymere bei $\dot{\varepsilon} = 3{,}6 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$

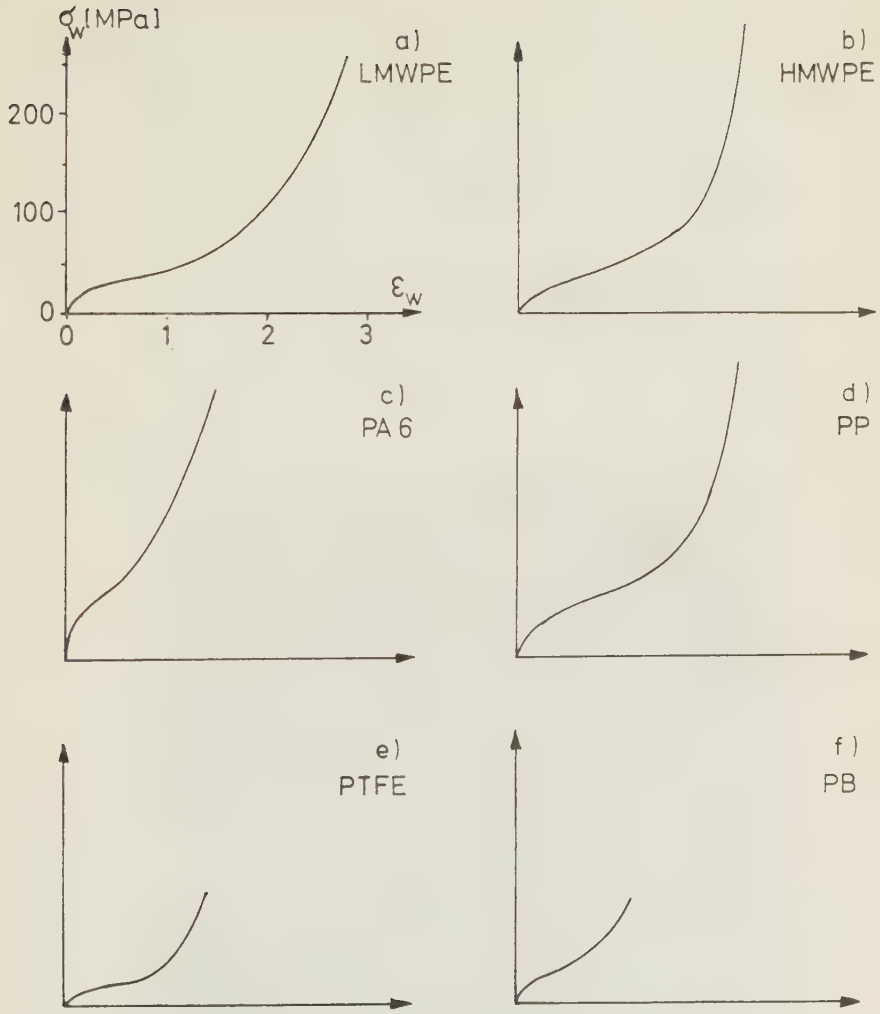


Bild 12: Wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurven für alle untersuchten Polymere bei $\dot{\varepsilon} = 3{,}6 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$

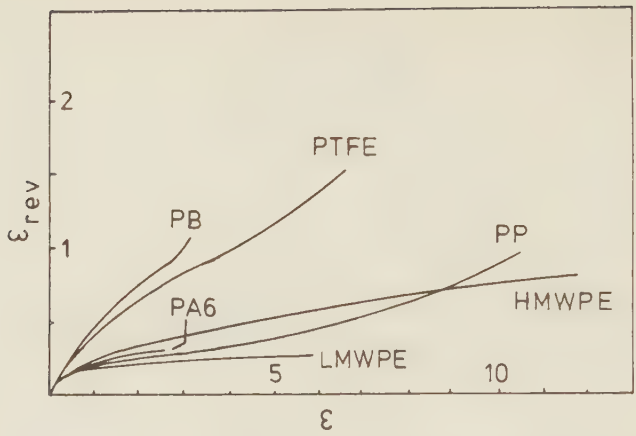


Bild 13: Anteil der reversiblen Verformung ε_{rev} gegenüber der Gesamtverformung ε im Zugversuch für die untersuchten Polymere ($\dot{\varepsilon} = 3{,}6 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$)

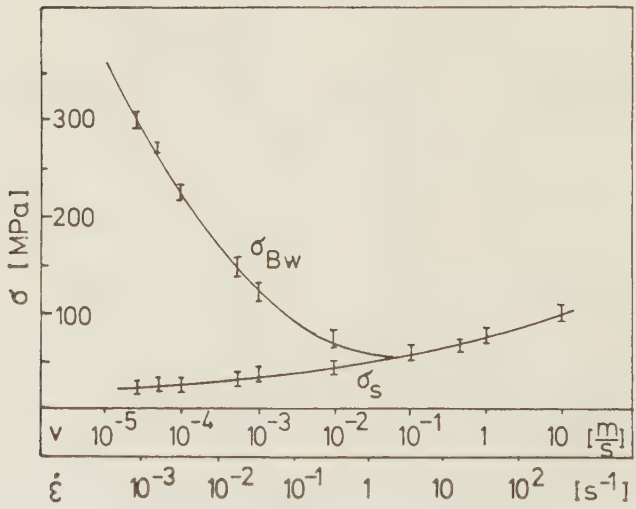


Bild 14: Verlauf der Streckgrenze σ_s und der wahren Bruchspannung σ_{Bw} in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit (feinsphärolithisches PP)

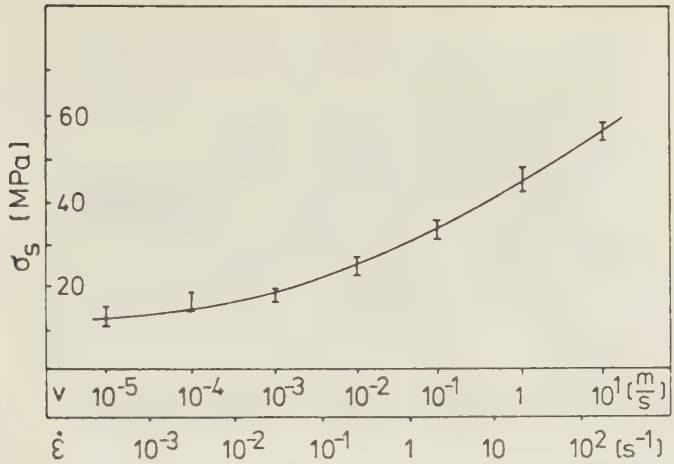


Bild 15: Verlauf der Streckgrenze σ_s (≙ Bruchspannung) mit der Geschwindigkeit (grobsphärolithisches PP)

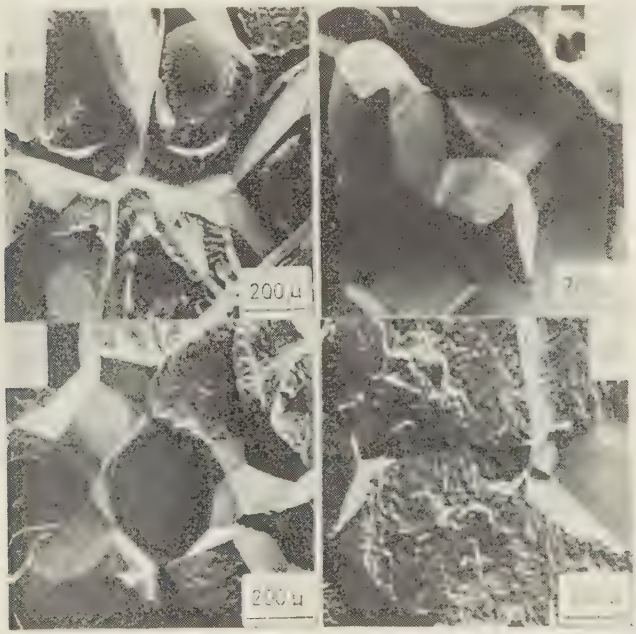


Bild 16: Änderung der Bruchflächenmorphologie mit wachsender Geschwindigkeit (a→d); (grobsphärolithisches PP)
a: 10^{-5}, b: 10^{-4}, c: 10^{-1}, d: 10 m/s

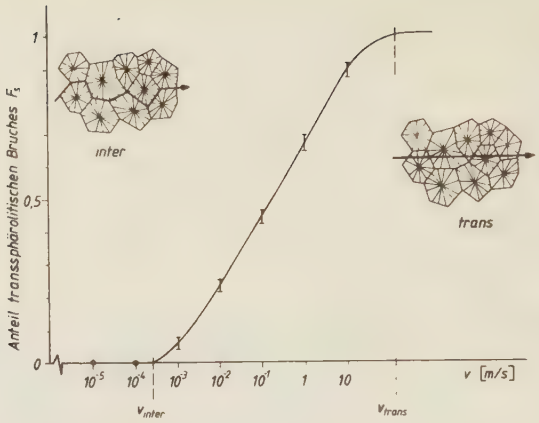


Bild 17: Änderung des Anteils an transsphärolithischem Bruch F_S abhängig von der Geschwindigkeit (grobsphärolithisches PP)

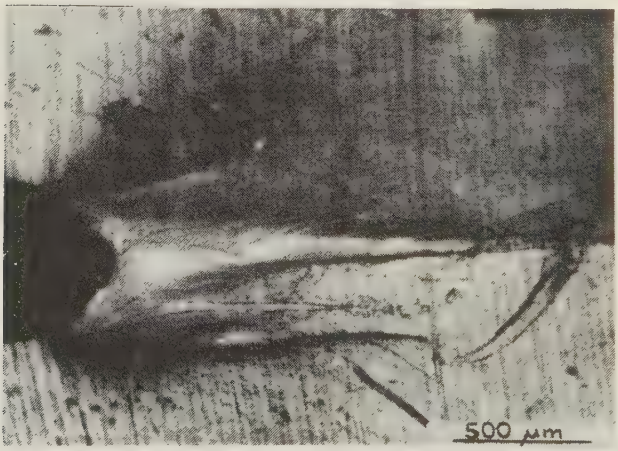


Bild 18: Verformungszone vor der Rißspitze von feinsphärolithischem PP

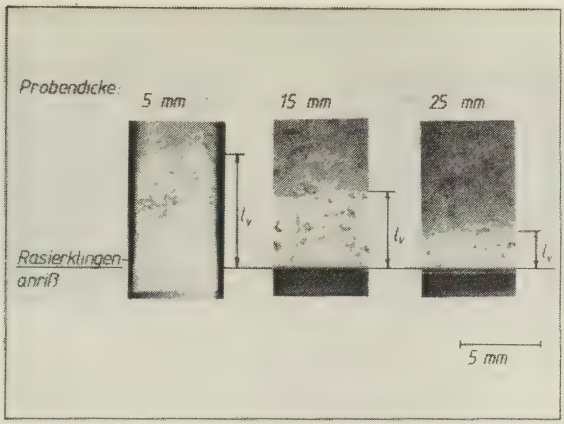


Bild 19: Länge der Verformungszone vor der Rißspitze in Abhängigkeit von der Probendicke (feinsphärolithisches PP; v = $1o^{-4}$ m/s)

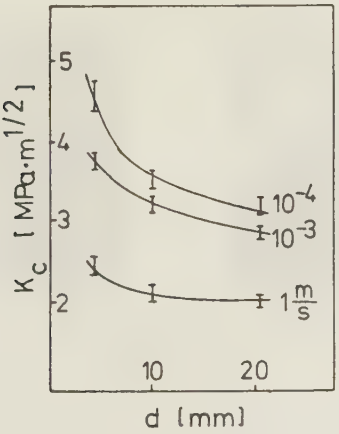


Bild 20: Einfluß der Geschwindigkeit auf die Bruchzähigkeit K_c in Abhängigkeit von der Probendicke d (feinsphärolithisches PP)

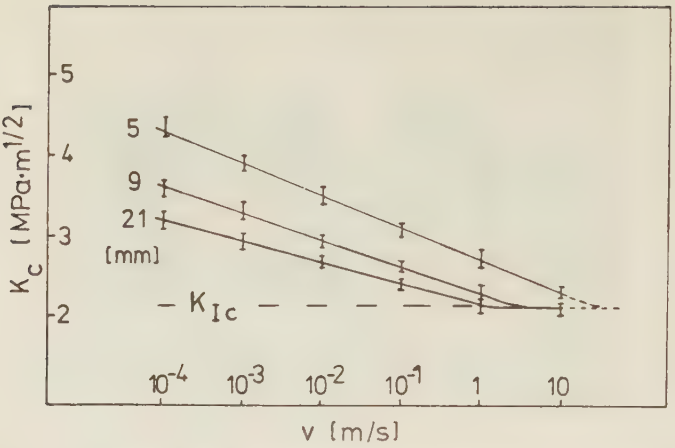


Bild 21: Einfluß der Probendicke auf die Bruchzähigkeit K_c in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit (feinsphärolithisches PP)

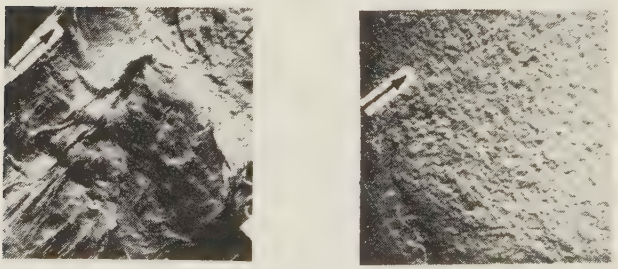


Bild 22: Übersicht über die Bruchfläche der Bruchmechanik-Proben bei a) v = 10^{-4} m/s und b) v = 10 m/s (feinsphärolithisches PP)

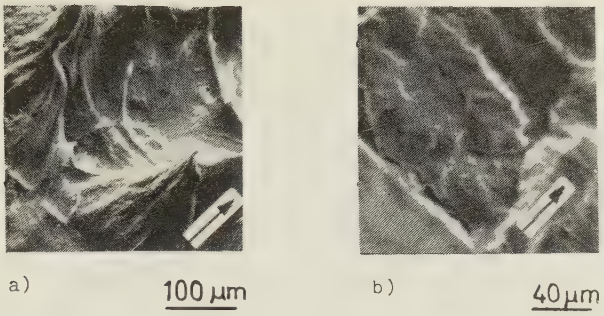


Bild 23: Rißanfang der feinsphärolithischen Bruchmechanik-Proben; a) starke plastische Verformung bei 10^{-4} m/s b) Sprödbruch bei 10 m/s

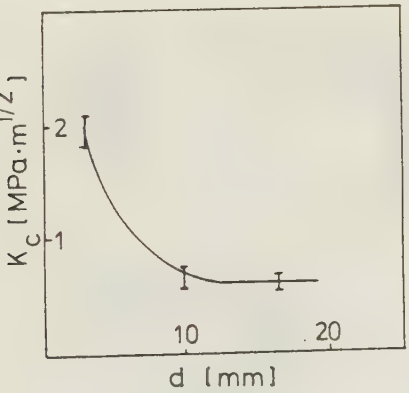


Bild 24: Einfluß der Probendicke auf die Bruchzähigkeit von grobsphärolithischem PP bei v = 10^{-4} m/s

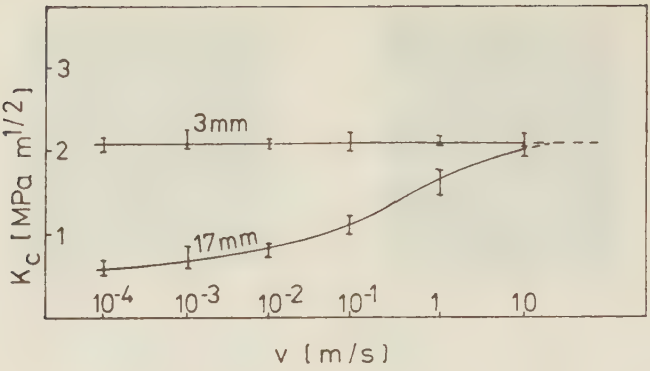


Bild 25: Bruchzähigkeit K_c von grobsphärolithischem PP gegenüber der Geschwindigkeit v bei Probendicken von 3 und 17 mm

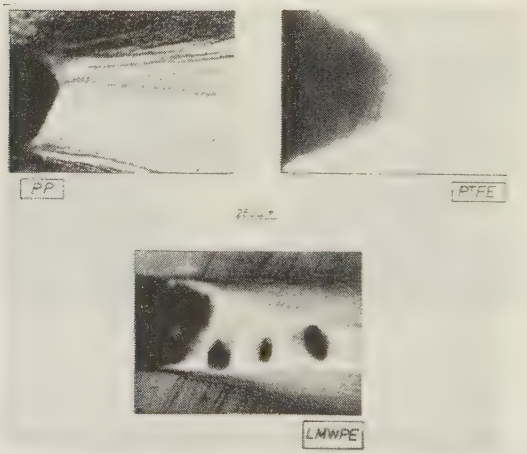


Bild 26: Lichtmikroskopische Darstellung des Rißgrundes bei der Ermüdungsrißausbreitung von PP, PTFE und LMWPE

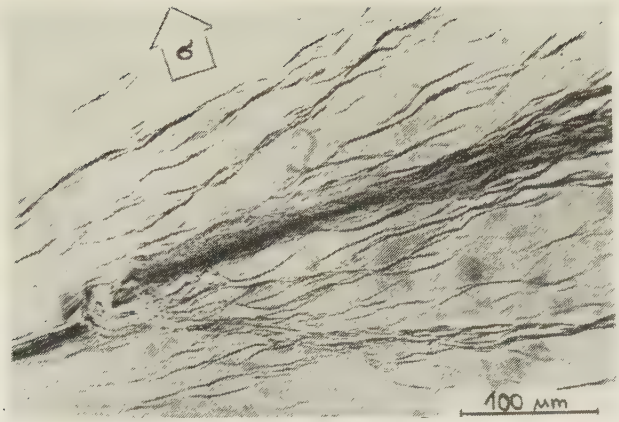


Bild 27: Crazes in der Verformungszone vor der Rißspitze am Beispiel von PP

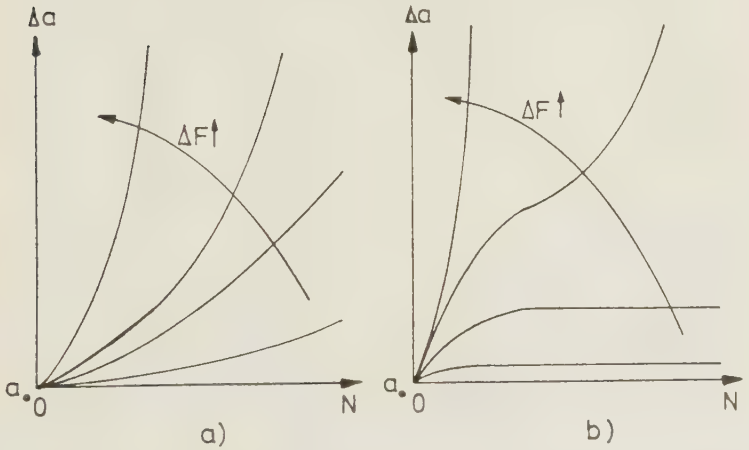
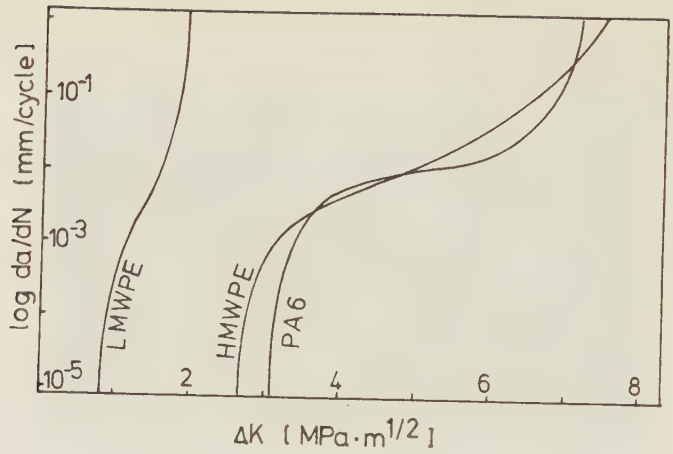
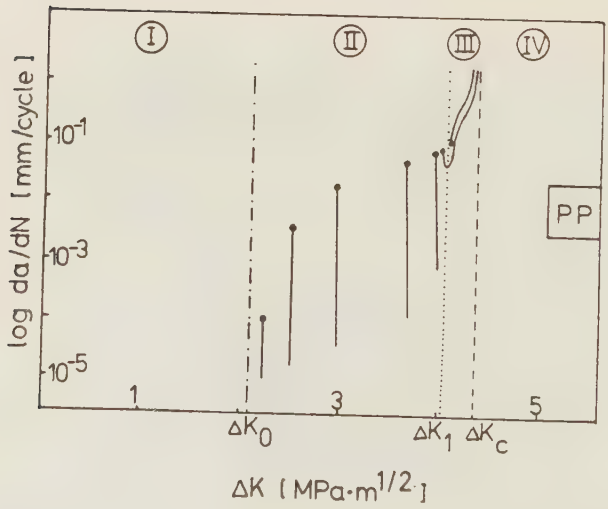


Bild 28: Rißwachstum Δa gegenüber Lastwechselzahl N bei verschiedenen konstanten Kraftamplituden ΔF (schematisch);
a) für LMWPE, HMWPE und PA6
b) für PP, PTFE und PB

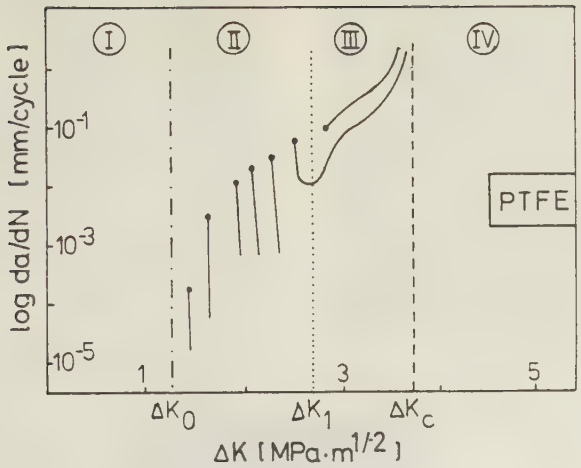

log da/dN [mm/cycle]
10-1
10-3
10-5
LMWPE
HMWPE
PA6
2
4
6
8
ΔK [MPa·m1/2]

a)


log da/dN [mm/cycle]
I
II
III
IV
10-1
10-3
10-5
PP
1
3
5
ΔK0
ΔK1
ΔKc
ΔK [MPa·m1/2]

b)

Bild 29 a,b



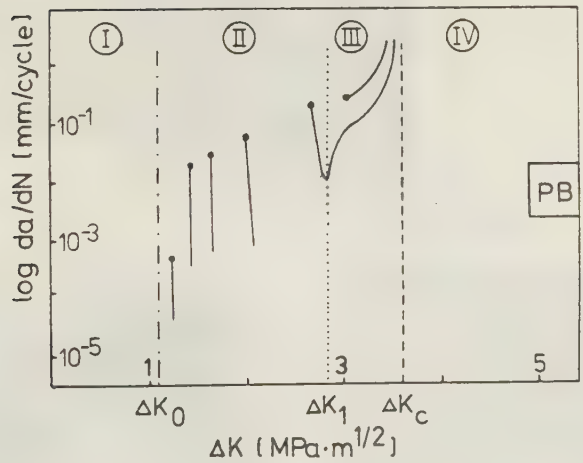


Bild 29: da/dN-ΔK-Kurven für a) LMWPE, HMWPE, PA6; b) PP; c) PTFE und d) PB
bei b) - d) kennzeichnen die Punkte (•) jeweils Spannungsintensität ΔK und Rißgeschwindigkeit da/dN beim ersten Lastwechsel

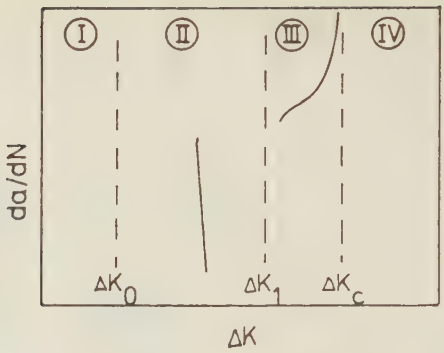


Bild 30: Schematische Darstellung der einzelnen Bereiche unterschiedlichen Rißausbreitungsverhaltens

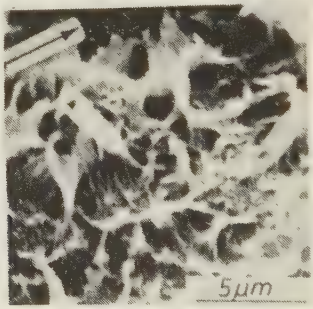


Bild 31: Ermüdungsbruchfläche von LMWPE (⟶ zeigt Rißausbreitungsrichtung)

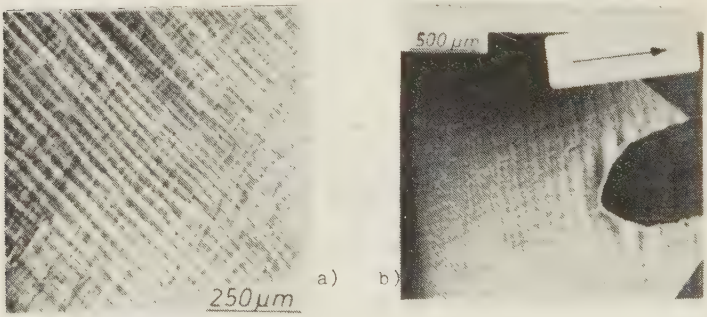
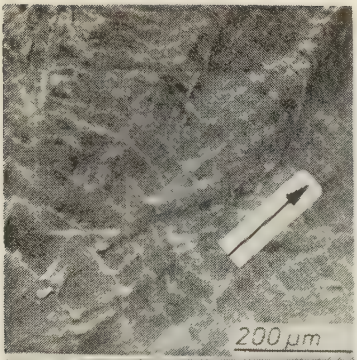
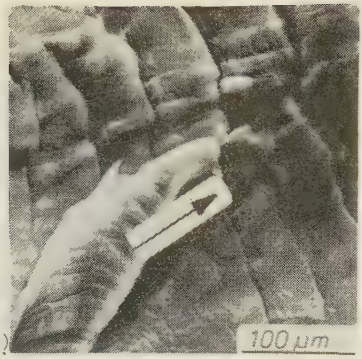


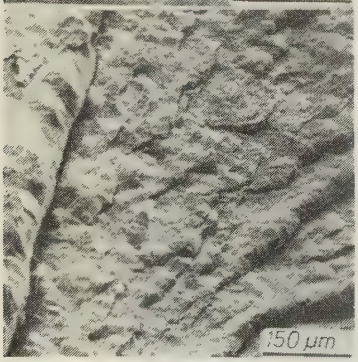
Bild 32: Ermüdungsbruchfläche von HMWPE bei a) niedriger und b) hoher Rißgeschwindigkeit



a)



b)



c)

Bild 33: Charakteristische Bruchflächenmorphologie der einzelnen Bereiche unterschiedlicher Rißausbreitung (RA) am Beispiel von PP
a) verzögerte stabile RA
b) beschleunigte stabile RA
c) instabile RA

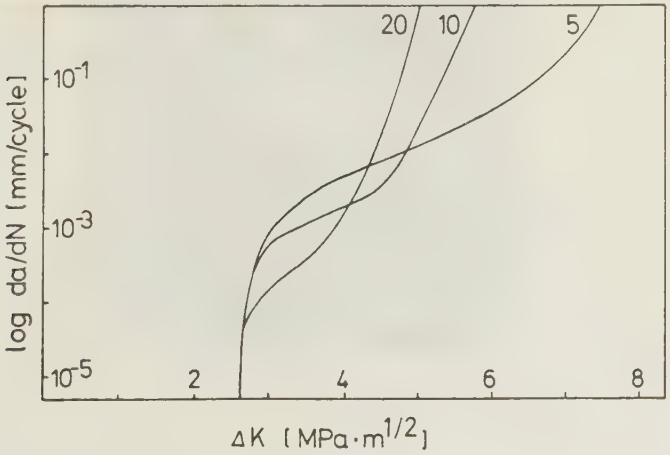


Bild 34: Einfluß der Probendicke (in mm) auf die Ermüdungsrißausbreitung von HMWPE

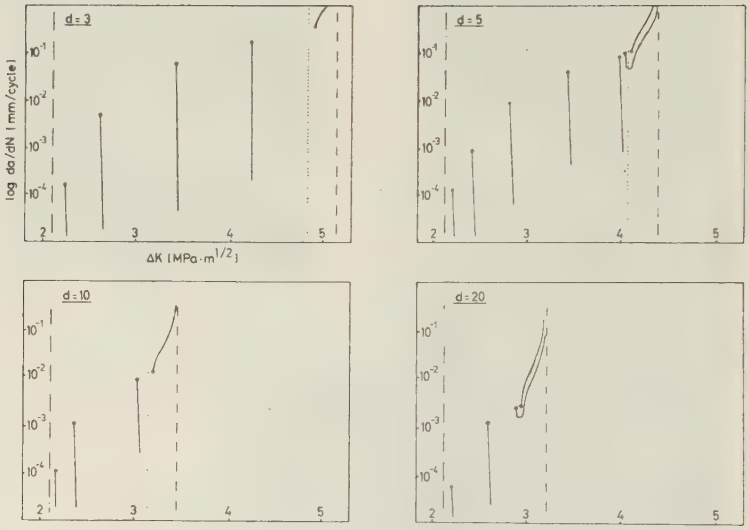


Bild 35: Einfluß der Probendicke (in mm) auf die Ermüdungsrißausbreitung von feinsphärolithischem PP

Bild 36: Infolge Ermüdung verstreckte grobe PP-Sphärolithe

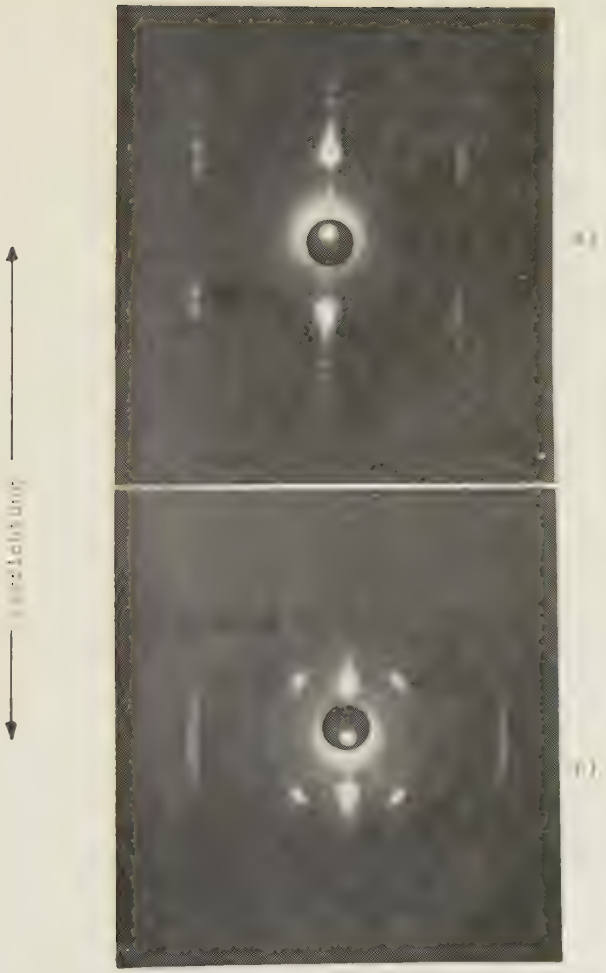


Bild 37: Röntgenbeugungsaufnahmen von hochverformten HMWPE- (a) und PP- (b) Proben ; Röntgendurchstrahlung

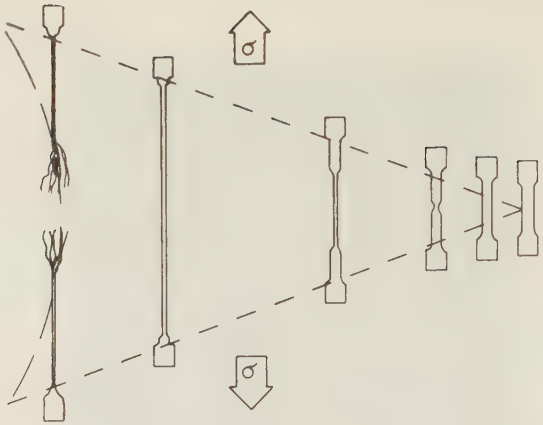


Bild 38: Rißgrund als Aneinanderreihung der einzelnen Phasen eines Zugversuches

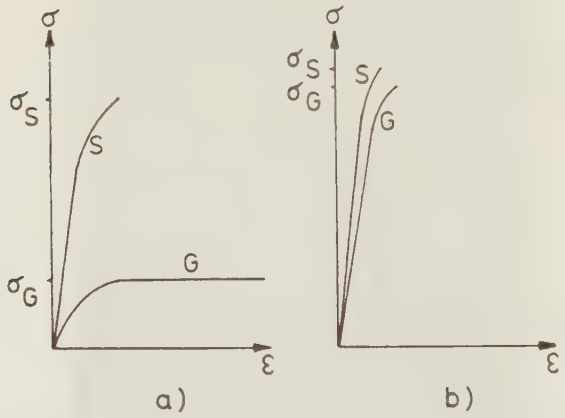


Bild 39: Schematische Darstellung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens von Sphärolithinnerem S und Sphärolithgrenzen G bei grobsphärolithischem PP

a) niedrige
b) hohe Verformungsgeschwindigkeit

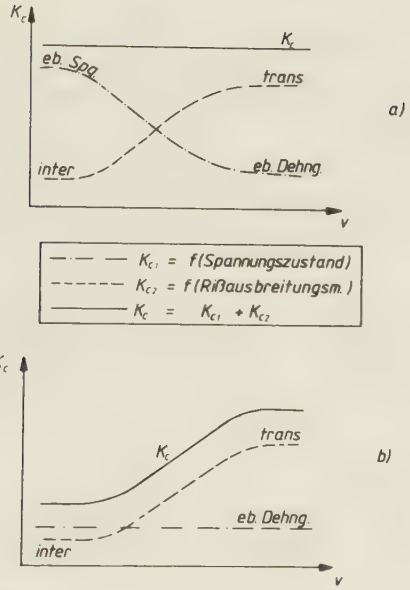


Bild 40: Darstellung der Bruchzähigkeit K_c von grobsphärolithischem PP in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit als Funktion von Spannungszustand und Rißausbreitungsmechanismus

a) kleine
b) große Probendicke

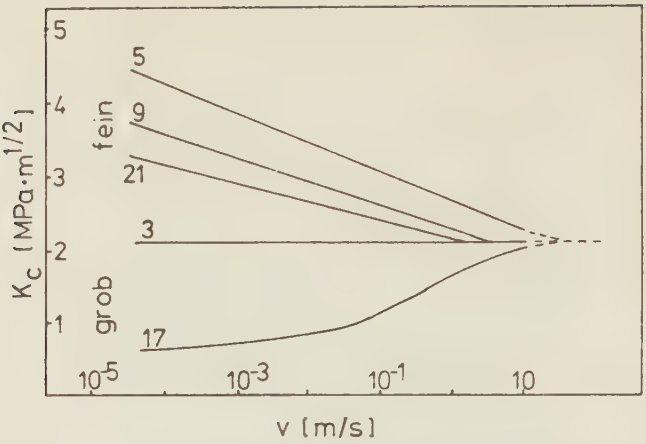


Bild 41: Vergleich des Geschwindigkeitseinflusses auf die Bruchzähigkeit von PP bei unterschiedlicher Morphologie und verschiedenen Probendicken

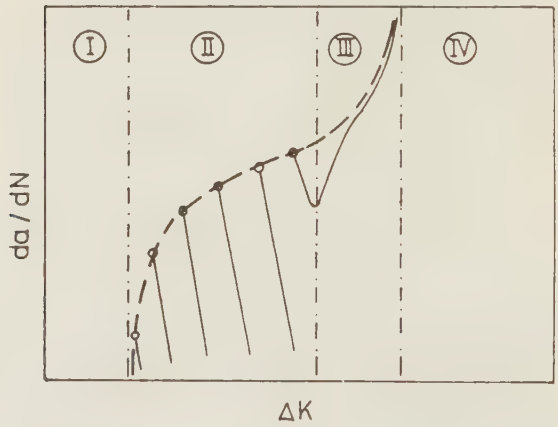


Bild 42: Konstruktion einer Hüllkurve über die Anfangsrißgeschwindigkeit beim ersten Lastwechsel (o) im Bereich II mit verzögerter Rißausbreitung

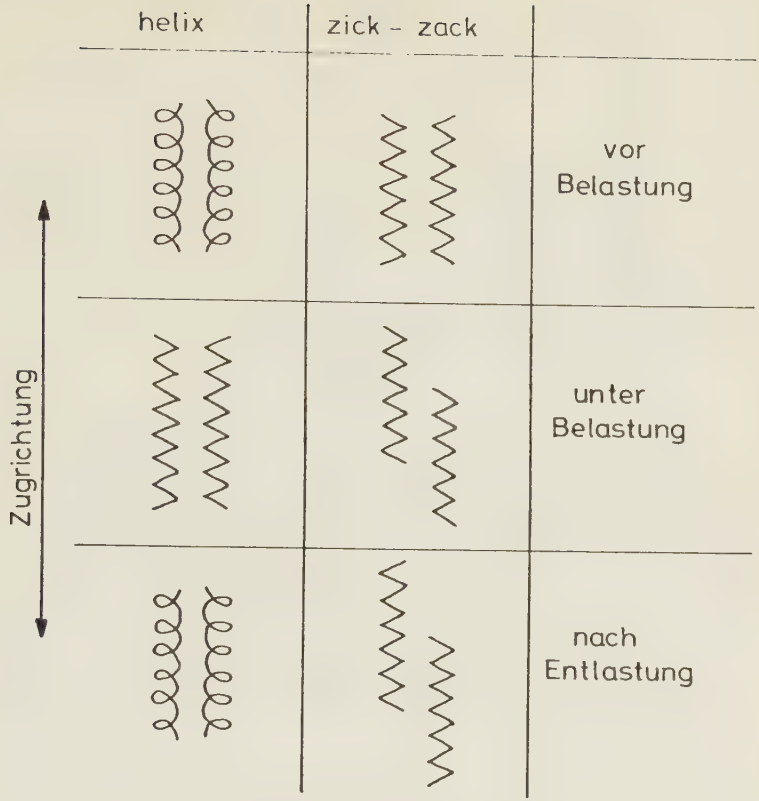


Bild 43: Verhalten bereits ausgerichteter Helix- und Zick-Zack-Moleküle bei weiterer Zugbelastung (schematisch)

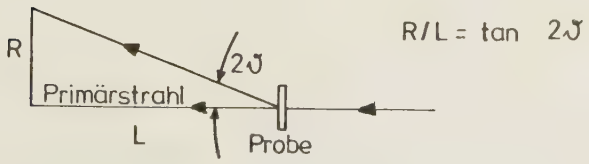


Bild 44: Zusammenhang zwischen Beugungspunktabstand R vom Primärstrahl und Winkel ϑ bei Röntgendurchstrahlung

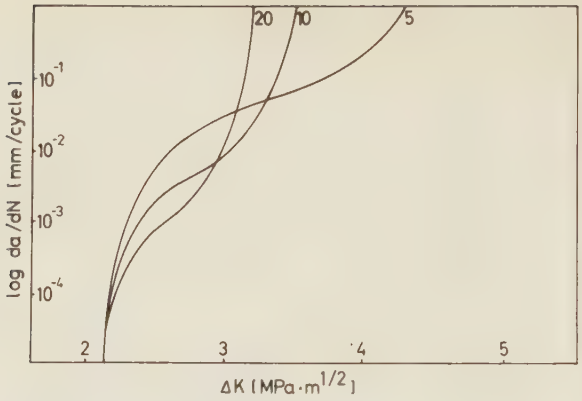


Bild 45: Hüllkurven für die Ermüdungsrißausbreitung von PP unterschiedlicher Dicke

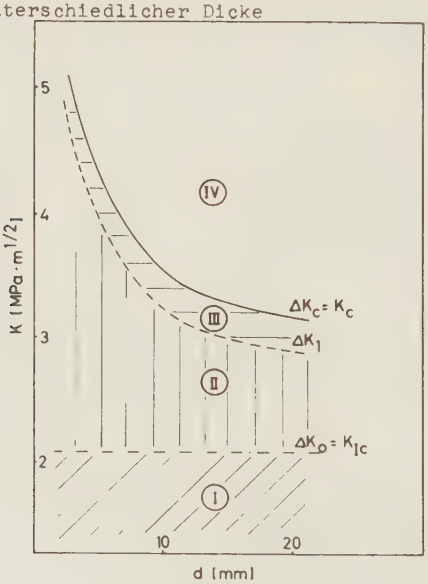


Bild 46: Vergleich der Spannungsintensitätskennwerte in Abhängigkeit von der Probendicke für Ermüdungsrißausbreitung (f = 0,1Hz) und statische Bruchmechanik-Versuche (v = 10^{-4}m/s). Zusätzlich sind die Bereiche I - IV mit unterschiedlicher Rißausbreitung gekennzeichnet (feinsphärolithisches PP)

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von März 1978 bis Dezember 1981 am Institut für Werkstoffe (Abteilung für Maschinenbau) der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. E. Hornbogen für die Anregung zu dieser Arbeit und seine stete Bereitschaft zu wertvollen Diskussionen und neuen Impulsen.

Herrn Prof. Dr.-Ing. H. Berns danke ich für die Übernahme des Korreferates.

Weiterhin danke ich Herrn Dr.-Ing. G. Kress für den Kontakt zur BASF, Ludwigshafen, die mich durch die Bereitstellung der Polyäthylen-, Polypropylen- und Polyamid-Werkstoffe bei dieser Arbeit unterstützt hat.

Schließlich sei an dieser Stelle allen Institutsmitgliedern gedankt, die mir bei der Durchführung der Experimente behilflich waren.

LEBENSLAUF

Name	Axel Sandt
Geburtsdatum und -ort	5.1.1955 in Essen
Eltern	Karl-Heinz Sandt und Ehefrau Helga, geb. Klein
Familienstand	verheiratet mit Annette Sandt, geb. Schwall
Schulausbildung	1961 - 1965 Volksschule in Essen 1965 - 1973 Mathematisch-Naturwissenschaftliches Gymnasium in Essen Abschluß: Abitur
Hochschulbildung	1.10.1973 - 28.2.1978 Ruhr-Universität Bochum, Abt. Maschinenbau Abschluß: Dipl.-Ing.
Berufstätigkeit	seit 1.3.1978 wiss. Angestellter am Institut für Werkstoffe der Ruhr-Universität Bochum

FOTODRUCK J. MAINZ – Telefon: (02 41) 2 73 05
Neupforte 13, Nähe Markt, 5100 Aachen